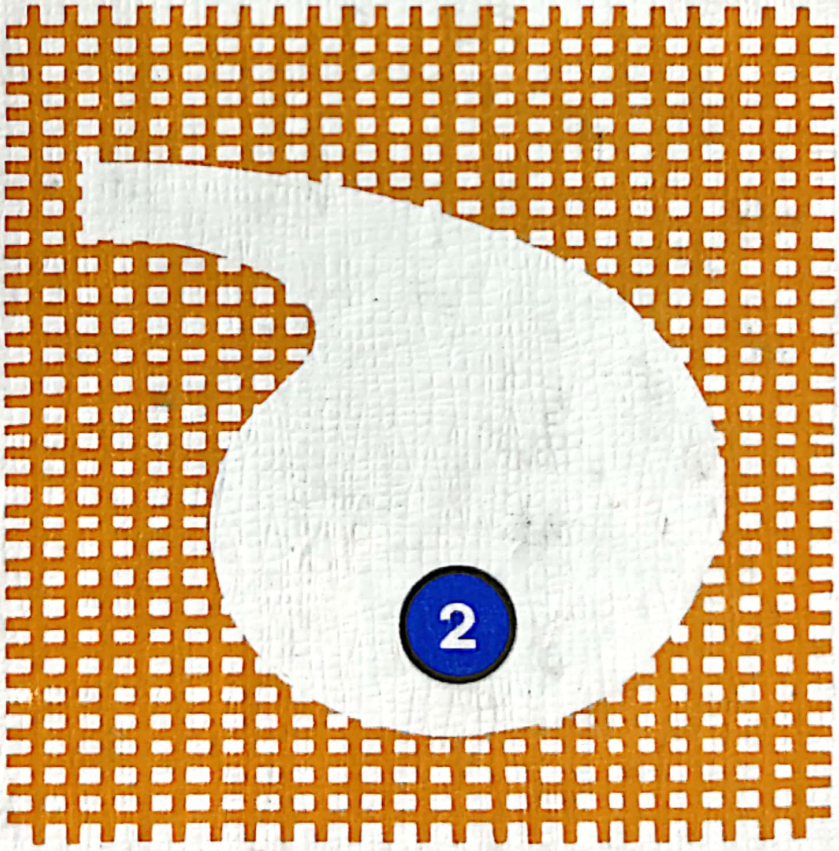
Maria Rusanovschi · Adelaida Dragnea

# ANALIZA CHIMICĂ TEXTILĂ




Scanned with OKEN Scanner

ing. Maria Rusanovschi • chim. Adelaida-Simona Dragnea

# ANALIZA CHIMICĂ TEXTILĂ

Volumul II

Scanned with OKEN Scanner

# CUPRINS


Capitolul I. **Determinarea parametrilor de calitate a fibrelor de lînă** . 9

1. Prelevarea statistică a mostrelor . . . . . 10
2. Pregătirea probelor pentru analiză . . . . . 16
3. Determinarea randamentului . . . . . 17
4. Determinarea conținutului de cenușă . . . . . 18
5. Determinarea extractului alcoolic . . . . . 19
6. Determinarea impurităților insolubile în NaOH 10% . . . . 19
7. Calculul și exprimarea rezultatelor . . . . . 22
8. Determinarea gradului de alb . . . . . 25

Capitolul II. **Determinarea parametrilor de calitate a fibrelor liberiene, bumbac și fibre chimice** . . . . . 27

1. Determinarea parametrilor calitativi a caracteristicilor fibrelor liberiene și bumbac . . . . . 29
   1.1. Determinarea conținutului de celuloză . . . . . 29
   1.2. Determinarea conținutului de lignină . . . . . 30
   1.3. Determinarea conținutului de substanțe pectice . . . . 32
   1.4. Determinarea substanțelor extractibile în alcool etilic benzen . . . . . 33
   1.5. Determinarea conținutului de cenușă . . . . . 34
   1.6. Determinarea solubilității alcaline . . . . . 35
   1.7. Determinarea randamentului în fibră . . . . . 36
2. Determinarea parametrilor de calitate a fibrelor obținute prin procedee chimice . . . . . 36
   2.1. Determinarea conținutului de substanțe de avivare . . . 37
   2.2. Determinarea substanțelor solubile în NaOH . . . . . 40
   2.3. Determinarea conținutlui de oligomeri . . . . . 42
   2.4. Determinarea substanțelor de uleiere . . . . . 45
   2.5. Determinarea produselor de matisare . . . . . 46
   2.6. Determinarea gradului de alb . . . . . 47

Capitolul III. **Analiza chimică cantitativă a amestecurilor binare și ternare de fibre** . . . . . 49

1. Prepararea eșantioanelor reduse de laborator . . . . . 50
2. Îndepărtarea materialelor nefibroase . . . . . 52
3. Calculul și exprimarea rezultatelor . . . . . 57
4. Analiza cantitativă prin procedee de sortare mecanică . . . 65
5. Analiza cantitativă microscopică . . . . . 65




Scanned with OKEN Scanner

6. Analiza cantitativă prin sedimentare . . . . . 66
7. Analiza cantitativă prin metode chimice . . . . . 68
8. Analiza chimică a amestecurilor binare de fibre proteice cu fibre neproteice . . . . . 70
9. Analiza chimică a amestecurilor binare de fibre celulozice naturale cu alte fibre . . . . . 77
10. Analiza chimică a amestecurilor binare de fibre liberiene cu fibre chimice . . . . . 82
11. Analiza chimică a amestecurilor binare de fibre acetat cu alte fibre . . . . . 84
12. Analiza chimică a amestecurilor binare de fibre poliamidice (6 şi 6.6.) cu fibre proteice şi celulozice . . . . . 88
13. Analiza chimică a amestecurilor binare de fibre acrilice şi modacrilice cu fibre proteice şi celulozice . . . . . 90
14. Analiza chimică a amestecurilor binare de fibre poliesterice cu fibre proteice şi celulozice . . . . . 93
15. Analiza chimică a amestecurilor binare de clorofibre cu fibre naturale şi fibre chimice . . . . . 96
16. Analiza chimică a amestecurilor binare de fibre polipropilenice cu fibre naturale şi fibre chimice . . . . . 99
17. Analiza chimică a amestecurilor binare de amiantă de crisotil şi crocidolit cu fibre celulozice . . . . . 100
18. Analiza chimică a amestecurilor binare de fibre celulozice cu cauciuc . . . . . 100
19. Analiza chimică a amestecurilor binare de fibre sintetice . . 101
20. Tehnici generale de separare a amestecurilor binare de fibre 102
21. Analiza chimică cantitativă a amestecurilor ternare de fibre 103
21.1. Analiza chimică a amestecurilor ternare de fibre proteice naturale cu fibre chimice celulozice şi bumbac . . . . . 108
21.2. Analiza chimică a amestecurilor ternare de lînă cu fibre celulozice şi fibre sintetice . . . . . 111
21.3. Analiza chimică a amestecurilor ternare de lînă cu fibre poliesterice şi fibre acrilice . . . . . 113
21.4. Analiza chimică a amestecurilor ternare de fibre celulozice naturale cu fibre chimice celulozice şi fibre sintetice . 114
21.5. Analiza chimică a amestecurilor ternare de fibre poliamidice cu fibre acrilice şi fibre poliesterice . . . . . 115
21.6. Analiza chimică a amestecurilor ternare de clorofibre cu fibre proteice naturale şi fibre celulozice . . . . . 115
21.7. Analiza chimică a amestecurilor ternare de fibre azbest, fibre de sticlă şi fibre organice . . . . . 115
22. Analiza cantitativă a amestecurilor din mai mult de trei componente . . . . . 116

Capitolul IV. **Determinarea indicatorilor valorii de utilizare a materialelor textile** . . . . . 117

1. Capacitatea de impurificare şi de reţinere a impurităţilor pe produsele textile . . . . . 118
2. Gradul de alb şi stabilitatea lui . . . . . 120
3. Măsurarea stabilităţii dimensiunilor la umezire, spălare şi călcare a materialelor textile . . . . . 126
4. Stabilitatea faţă de acţiunea agenţilor chimici . . . . . 148
5. Măsurarea capacităţii de absorbţie, reţinere şi cedare a apei 150



Scanned with OKEN Scanner

6. Tehnica măsurării impermeabilității . . . . . 157
6.1. Determinarea rezistenței la stropire . . . . . 157
6.2. Încercarea Spray-Test . . . . . 161
6.3. Încercarea la presiune hidrostatică . . . . . 164
7. Determinarea comportării materialelor textile la încercarea ignometrică . . . . . 168

Capitolul V. **Măsurarea, verificarea și controlul materialelor textile în procesul prelucrării** . . . . . 184

1. Determinarea impurităților provenite din procesul tehnologic 185
1.1. Identificarea și determinarea cantitativă a cationilor pe fibră . . . . . 186
1.2. Identificarea și determinarea cantitativă a anionilor pe fibre . . . . . 201
1.3. Determinarea substanțelor solubile în apă . . . . . 215
1.4. Măsurarea conductivității extractului apos . . . . . 217
1.5. Măsurarea pH-ului . . . . . 220
1.6. Determinarea produselor de avivare . . . . . 224
1.7. Determinarea produselor de încleiere . . . . . 229
1.8. Determinarea produselor de apretare . . . . . 237
1.9. Determinarea lianților pe bază de rășini termoplastice și autoreticulabile pe textile nețesute . . . . . 250
1.10. Determinarea grăsimilor și cerurilor reziduale . . . . 254
1.11. Determinarea produselor de îngreunare la mătase . . . 255
1.12. Determinarea acidității reziduale . . . . . 259
1.13. Determinarea alcalinității reziduale . . . . . 261
1.14. Determinarea produselor de oxidare și reducere . . . . 263
1.15. Determinarea uleiajelor reziduale . . . . . 265
1.16. Determinarea săpunurilor reziduale . . . . . 265
1.17. Determinarea clorului rezidual . . . . . 265
1.18. Determinarea fracțiilor moleculare (oligomeri) . . . . . 267

Scanned with OKEN Scanner

Capitolul I

# Determinarea parametrilor de calitate a fibrelor de lînă

Calitatea materiei prime, fiind un factor important pentru dezvoltarea producției textile, în asigurarea unei structuri sortimentale variate și a unei producții cu maximum de eficiență tehnică și economică, impune cunoașterea metodelor de măsurare obiectivă a fibrelor textile naturale și chimice, necesare creierii unei metodologii unice de măsurare care să fie declarate ca metode oficiale de taxare standardizată.

În vederea stabilirii indicatorilor de calitate a materiilor prime este necesar să se cunoască tehnica măsurării parametrilor calitativi, care vor duce la estimarea corectă a caracteristicilor lor chimice și fizice. Acești parametri stabilesc relații exacte între rezultatele măsurătorilor obiective și performanțele proceselor tehnologice. Procedeele de măsurare obiectivă a calității lînurilor vor crea posibilitatea statornicirii de metodologii unice de măsurare (prin teste recunoscute de taxare standardizată, problemă de mare perspectivă) care va asigura o bază de lucru echitabilă în sistemul marketing al acestora. Tehnicile de lucru prezentate, asigurînd o măsurare exactă, vor pune la dispoziție o bază pentru controlul științific de calitate, vor da posibilitatea programării fazelor de prelucrare tehnologică (sortare și filare), elaborarea tehnologiei de spălare a lînurilor, evitarea unui consum specific ridicat și o calitate necorespunzătoare a firului. Procedeele de măsurare prezentate trebuie să devină metode de apreciere științifică necesare estimării corecte a parametrilor fiecărei caracteristici a fibrelor de lînă, a creării unei baze informaționale pentru standardizarea acestor parametrii. Tehnicile de măsurare prezentate pentru stabilirea caracteristicilor chimice și mecanotehnologice a fibrelor de lînă, vor asigura o caracterizare detailată a calității producției necesare pentru stabilirea valorii tehnice a materiilor prime utilizate în industria textilă.

Procedeele de măsurare obiectivă a calității necesare pentru stabilirea valorii tehnice a fibrelor de lînă cuprind:

— prelevarea statistică a mostrelor;



Scanned with OKEN Scanner

— pregătirea probelor pentru analiză;
— determinarea randamentului;
— determinarea conținutului de cenușă;
— determinarea extractului alcoolic;
— determinarea impurităților insolubile în hidroxid de sodiu 10%;
— calcularea randamentelor de laborator, tehnologice și comerciale;
— determinarea gradului de alb.

## 1. Prelevarea statistică a mostrelor

În cadrul controlului de recepție a materiilor prime, o deosebită importanță o prezintă prelevarea mostrelor în baza cărora se face caracterizarea întregului lot de materii prime, respectiv acceptarea sau respingerea lui.

Sistemul empiric de prelevare a probelor de către operatorii inițiați a fost înlocuit cu sistemul extragerii bazat pe calculul probabilității. Caracteristica principală a acestui mod de preleevare constă în extragerea cu ajutorul unei metode anumite, astfel ca precizia proprietăților determinate ale probei să fie apreciată în mod obiectiv sau estimată cu ajutorul calcului matematic al probabilității.

Printre condițiile esențiale pe care trebuie să le dețină sistemul de prelevare a probelor în vrac a materiilor prime se numără:

— împărțirea efectivă sau imaginară a loturilor de material în mai multe unități, fiecare avînd aceeași probabilitate de a fi luată în probă;
— o selecție întîmplătoare din aceste unități;
— cunoașterea naturi distribuției diverselor caracteristici ale fibrelor;
— aprecierea deviațiilor standard ale valorilor individuale și medii.

Deși există o diferență mare între condițiile matematice care trebuie respectate la luarea probelor, conform teoriei probabilității, această dificultate a fost înlăturată în cazul luării probelor prin carotaj.

În această situație lotul destinat pentru extragerea probelor trebuie să satisfacă următoarele cerințe:

— lîna brută să fie ambalată în funcție de originea ei în baloți standard cu caracteristici uniforme în ceea ce privește randamentul



Scanned with OKEN Scanner

la spălare, finețea fibrelor, culoare, conținutul în impurități vegetale și minerale. Astfel, diferența admisă pentru randamentul la spălare între baloturile unui lot nu trebuie să fie mai mare de 10 procente;

— baloturile care constituie lotul trebuie să aibă aceeași dimensiune și greutate și să nu prezinte pierderi mari de umiditate;

— probele se extrag separat din baloturile indicate, conform calculelor;

— balotul este astfel străpuns încît să rezulte media cea mai bună a întregului conținut, deci de preferință în sensul în care a fost presat. La baloturile nepresate (moi) tubul de înțepare trebuie să fie introdus orizontal astfel ca să evite orice pierdere de impurități prezente în probe.

Numărul minim de baloturi, care urmează a fi luate la întîmplare din lot se calculează cu ajutorul relației (1):

$$n = \frac{N(\sigma\omega^2 + K\sigma b^2)}{KN\left(\frac{E}{t}\right)^2 + K\sigma b^2},$$

în care:

$n$ este numărul minim de baloturi;

$N$ — numărul de baloturi din lot;

$K$ — numărul de probe parțiale, care urmează să fie prelevate din fiecare balot al lotului, luat ca probă;

$E$ — precizia dorită a probei, în % a conținutului net de lînă;

$t$ — factorul de probabilitate;

$\sigma\omega^2$ — nivelul de dispersie (a conținutului net de lînă, în %) din probele parțiale individuale în interiorul fiecărui balot;

$\sigma b^2$ — nivelul de dispersie (a conținutului net de lînă, în %) între baloți.

În tabelul 1 sînt prezentate date cuprinzînd (în funcție de numărul de baloturi care alcătuiesc lotul) numărul de baloturi luate la întîmplare din lot, numărul de probe parțiale care urmează a fi luate din fiecare balot ales, precizia dorită a probei și nivelul de împrăștiere a conținutului net de lînă (în procente), în cazul probelor din același balot și respectiv din baloturi diferite.

În tabelul 1, numărul minim de baloturi ce urmează a fi supuse probei este calculat cu precizia de $\pm 1$, cu un factor de probabilitate statistică de 0,95 pentru diferite valori ale lui $\sigma\omega$, $\sigma b$ și $K$.

Luarea probelor se efectuează cu o sondă compusă dintr-un burghiu, un tub de înțepare de 60 cm lungime și 20 cm diametrul de înșurubare, o cameră de rezervă, un dispozitiv de împins lîna în



Scanned with OKEN Scanner

*Tabelul 1*

**Valorile lui $n$ calculate din relaţia (1), pentru o precizie de $\pm 1{,}0$ cu o probabilitate statistică de 0,95, pentru valori alese ale lui $\sigma_\omega$, $\sigma_b$ şi $K$.**

| $\sigma_\omega$ | $\sigma_b$ | Numărul de probe parţiale dintr-un balot supus examinării $k$ | Numărul baloturilor dintr-un lot, $N$ | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | 25 | 50 | 75 | 100 | 150 | 200 | 300 | 500 | 700 | 1 000 |
| | | | Numărul baloturilor ce urmează a fi supuse probei, $n$ | | | | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 |
| 1,0 | 1,0 | 1 | 7 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 |
| 1,0 | 1,0 | 1 | 9 | 11 | 12 | 12 | 12 | 13 | 13 | 13 | 13 | 13 |
| 1,5 | 1,0 | 1 | 12 | 12 | 13 | 13 | 13 | 13 | 13 | 13 | 13 | 13 |
| 1,5 | 1,5 | 1 | 14 | 16 | 16 | 17 | 17 | 18 | 18 | 18 | 18 | 18 |
| 1,5 | 2,0 | 1 | 16 | 19 | 21 | 22 | 23 | 24 | 24 | 25 | 25 | 25 |
| 1,5 | 4,0 | 1 | 21 | 32 | 40 | 45 | 52 | 56 | 61 | 65 | 68 | 69 |
| 2,0 | 1,0 | 1 | 18 | 19 | 19 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| | | 2 | 11 | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 |
| 2,0 | 1,5 | 1 | 19 | 22 | 23 | 23 | 24 | 24 | 25 | 25 | 25 | 25 |
| | | 2 | 13 | 15 | 16 | 16 | 16 | 17 | 17 | 17 | 17 | 17 |
| 2,0 | 2,0 | 1 | 20 | 25 | 27 | 28 | 29 | 30 | 31 | 31 | 32 | 32 |
| | | 2 | 15 | 19 | 20 | 21 | 22 | 23 | 23 | 24 | 24 | 24 |
| 2,0 | 2,5 | 1 | 21 | 28 | 31 | 33 | 36 | 37 | 38 | 39 | 40 | 40 |
| | | 2 | 17 | 22 | 25 | 27 | 29 | 30 | 31 | 32 | 32 | 33 |
| 2,0 | 5,0 | 1 | 24 | 39 | 50 | 58 | 70 | 78 | 87 | 97 | 103 | 106 |
| | | 2 | 22 | 36 | 47 | 54 | 65 | 72 | 81 | 90 | 96 | 99 |
| 2,5 | 1,0 | 1 | 25 | 27 | 28 | 28 | 29 | 29 | 29 | 29 | 29 | 29 |
| | | 2 | 15 | 16 | 16 | 16 | 16 | 17 | 17 | 17 | 17 | 17 |
| 2,5 | 1,5 | 1 | 25 | 29 | 31 | 32 | 32 | 33 | 33 | 34 | 34 | 34 |
| | | 2 | 16 | 19 | 20 | 20 | 21 | 21 | 21 | 22 | 22 | 22 |
| 2,5 | 2,0 | 1 | 25 | 31 | 34 | 36 | 37 | 38 | 39 | 40 | 41 | 41 |
| | | 2 | 18 | 22 | 24 | 25 | 26 | 27 | 27 | 28 | 28 | 28 |
| 2,5 | 2,5 | 1 | 25 | 34 | 38 | 40 | 43 | 45 | 47 | 48 | 49 | 49 |
| | | 2 | 19 | 25 | 29 | 30 | 33 | 34 | 35 | 36 | 37 | 37 |
| 2,5 | 4,0 | 1 | 25 | 39 | 48 | 55 | 63 | 68 | 74 | 79 | 82 | 84 |
| | | 2 | 22 | 34 | 42 | 47 | 54 | 58 | 63 | 68 | 71 | 72 |
| 3,0 | 1,0 | 1 | b | 37 | 38 | 39 | 39 | 40 | 40 | 40 | 40 | 40 |
| | | 2 | 2 | 19 | 21 | 21 | 22 | 22 | 22 | 22 | 22 | 22 |
| 3,0 | 1,5 | 1 | b | 39 | 41 | 42 | 43 | 43 | 44 | 45 | 45 | 45 |
| | | 2 | 20 | 23 | 25 | 25 | 26 | 26 | 27 | 27 | 27 | 27 |
| 3,0 | 2,0 | 1 | b | 40 | 43 | 45 | 47 | 49 | 50 | 50 | 51 | 52 |
| | | 2 | 21 | 26 | 28 | 30 | 31 | 32 | 33 | 33 | 34 | 34 |
| 3,0 | 2,5 | 1 | b | 41 | 46 | 49 | 53 | 55 | 57 | 58 | 59 | 60 |
| | | 2 | 22 | 29 | 33 | 35 | 37 | 39 | 40 | 41 | 42 | 42 |
| 3,0 | 3,0 | 1 | b | 42 | 49 | 53 | 58 | 61 | 65 | 68 | 69 | 70 |
| | | | 23 | 32 | 37 | 40 | 44 | 46 | 49 | 51 | 52 | 53 |
| 3,0 | 4,5 | 1 | b | 45 | 57 | 65 | 76 | 84 | 93 | 101 | 106 | 109 |
| | | 2 | 24 | 38 | 48 | 55 | 65 | 71 | 78 | 86 | 90 | 92 |



Scanned with OKEN Scanner

*Tabelul 1 (continuare)*

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 3,5 | 5,0 | 1 | b | 46 | 59 | 68 | 82 | 91 | 102 | 114 | 120 | 124 |
| | | 2 | 24 | 40 | 51 | 59 | 71 | 79 | 89 | 99 | 105 | 108 |
| 3,5 | 1,5 | 1 | b | 50 | 52 | 53 | 55 | 56 | 57 | 57 | 58 | 58 |
| | | 2 | b | 29 | 30 | 31 | 32 | 32 | 33 | 33 | 34 | 34 |
| | | 4 | 16 | 18 | 19 | 20 | 20 | 21 | 21 | 21 | 21 | 21 |
| 3,5 | 2,0 | 1 | — | 50 | 54 | 56 | 59 | 61 | 62 | 63 | 64 | 64 |
| | | 2 | 25 | 31 | 34 | 35 | 37 | 38 | 39 | 40 | 40 | 40 |
| | | 4 | 18 | 22 | 24 | 25 | 26 | 27 | 27 | 28 | 28 | 28 |
| 3,5 | 2,5 | 1 | b | 50 | 56 | 60 | 64 | 66 | 69 | 71 | 72 | 73 |
| | | 2 | 25 | 33 | 37 | 40 | 42 | 44 | 46 | 47 | 48 | 49 |
| | | 4 | 19 | 25 | 28 | 30 | 32 | 34 | 35 | 36 | 36 | 37 |
| 3,5 | 3,0 | 1 | b | 50 | 58 | 63 | 69 | 72 | 76 | 80 | 82 | 82 |
| | | 2 | 25 | 36 | 41 | 45 | 49 | 52 | 54 | 57 | 58 | 59 |
| | | 4 | 20 | 28 | 33 | 36 | 39 | 41 | 43 | 45 | 46 | 47 |
| 3,5 | 3,5 | 1 | b | 50 | 60 | 66 | 74 | 79 | 85 | 90 | 92 | 94 |
| | | 2 | 25 | 38 | 45 | 50 | 56 | 59 | 64 | 67 | 69 | 70 |
| | | 4 | 21 | 31 | 37 | 42 | 47 | 50 | 53 | 56 | 58 | 59 |
| 3,5 | 4,0 | 1 | b | 50 | 61 | 69 | 80 | 86 | 94 | 101 | 105 | 107 |
| | | 2 | 25 | 40 | 49 | 55 | 63 | 68 | 74 | 80 | 83 | 85 |
| | | 4 | 22 | 34 | 42 | 47 | 54 | 58 | 63 | 68 | 71 | 72 |
| 3,5 | 5,0 | 1 | b | 50 | 64 | 75 | 90 | 100 | 112 | 125 | 132 | 136 |
| | | 2 | 25 | 42 | 54 | 63 | 75 | 84 | 94 | 105 | 111 | 114 |
| | | 4 | 23 | 38 | 49 | 57 | 68 | 75 | 85 | 94 | 99 | 102 |
| 4,0 | 1,5 | 1 | b | b | 66 | 67 | 69 | 70 | 71 | 72 | 73 | 73 |
| | | 2 | b | 35 | 37 | 38 | 39 | 40 | 40 | 41 | 41 | 41 |
| | | 4 | 19 | 22 | 23 | 23 | 24 | 24 | 25 | 25 | 25 | 25 |
| 4,0 | 2,0 | 1 | — | b | 66 | 69 | 73 | 74 | 76 | 78 | 79 | 79 |
| | | 2 | b | 37 | 40 | 42 | 44 | 45 | 46 | 47 | 47 | 48 |
| | | 4 | 20 | 25 | 27 | 28 | 29 | 30 | 31 | 31 | 32 | 32 |
| 4,0 | 2,5 | 1 | b | b | 67 | 72 | 77 | 80 | 83 | 85 | 87 | 87 |
| | | 2 | b | 38 | 43 | 46 | 49 | 51 | 53 | 55 | 56 | 56 |
| | | 4 | 21 | 28 | 31 | 33 | 36 | 37 | 38 | 39 | 40 | 40 |
| 4,0 | 3,5 | 1 | b | b | 69 | 76 | 86 | 91 | 97 | 103 | 106 | 108 |
| | | 2 | b | 41 | 49 | 55 | 61 | 65 | 70 | 74 | 76 | 78 |
| | | 4 | 22 | 23 | 40 | 44 | 49 | 53 | 56 | 60 | 61 | 62 |
| 4,0 | 5,0 | 1 | b | b | 71 | 82 | 99 | 110 | 123 | 137 | 145 | 149 |
| | | 2 | b | 44 | 57 | 66 | 80 | 88 | 99 | 110 | 117 | 120 |
| | | 4 | 24 | 39 | 50 | 58 | 70 | 78 | 87 | 97 | 103 | 106 |
| 4,5 | 1,5 | 1 | b | b | b | 83 | 85 | 87 | 88 | 89 | 89 | 90 |
| | | 2 | b | 42 | 45 | 46 | 47 | 48 | 48 | 49 | 49 | 49 |
| | | 4 | 22 | 25 | 27 | 27 | 28 | 28 | 29 | 29 | 29 | 29 |
| 4,5 | 2,0 | 1 | b | b | b | 84 | 88 | 90 | 92 | 94 | 95 | 96 |
| | | 2 | b | 43 | 47 | 49 | 51 | 53 | 54 | 55 | 56 | 56 |
| | | 4 | 23 | 28 | 30 | 32 | 33 | 34 | 35 | 36 | 36 | 36 |
| 4,5 | 2,5 | 1 | b | b | b | 85 | 81 | 95 | 98 | 101 | 103 | 104 |
| | | 2 | b | 44 | 50 | 53 | 57 | 59 | 61 | 63 | 64 | 64 |
| | | 4 | 23 | 31 | 34 | 37 | 39 | 41 | 42 | 43 | 44 | 45 |



Scanned with OKEN Scanner

*Tabelul 1 (continuare)*

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 4,5 | 3,0 | 1 | b | b | b | 86 | 95 | 100 | 105 | 110 | 112 | 113 |
| | | 2 | b | 45 | 52 | 57 | 62 | 65 | 69 | 72 | 73 | 74 |
| | | 4 | 23 | 33 | 38 | 42 | 46 | 48 | 51 | 53 | 54 | 55 |
| 4,5 | 3,5 | 1 | b | b | b | 87 | 97 | 104 | 111 | 118 | 121 | 123 |
| | | 2 | b | 46 | 57 | 63 | 71 | 76 | 81 | 86 | 88 | 90 |
| | | 4 | 24 | 35 | 42 | 47 | 53 | 56 | 60 | 63 | 65 | 66 |
| 4,5 | 5,0 | 1 | b | b | b | 91 | 109 | 121 | 136 | 151 | 160 | 165 |
| | | 2 | b | 47 | 61 | 71 | 85 | 94 | 106 | 117 | 124 | 128 |
| | | 4 | 25 | 40 | 52 | 71 | 73 | 81 | 91 | 101 | 107 | 110 |
| 5,0 | 1,5 | 1 | b | b | b | 100 | 103 | 105 | 106 | 107 | 108 | 108 |
| | | 2 | b | 50 | 53 | 55 | 56 | 57 | 58 | 58 | 59 | 59 |
| | | 4 | 25 | 29 | 31 | 32 | 32 | 33 | 33 | 34 | 34 | 34 |
| 5,0 | 2,0 | 1 | b | b | b | 100 | 105 | 108 | 111 | 113 | 114 | 115 |
| | | 2 | b | 50 | 55 | 57 | 60 | 62 | 63 | 64 | 65 | 65 |
| | | 4 | 25 | 31 | 34 | 36 | 37 | 38 | 39 | 40 | 41 | 41 |
| 5,0 | 2,5 | 1 | b | b | b | 100 | 108 | 112 | 116 | 119 | 121 | 122 |
| | | 2 | b | 50 | 57 | 60 | 65 | 67 | 70 | 72 | 73 | 74 |
| | | 4 | 25 | 34 | 38 | 40 | 43 | 45 | 47 | 48 | 49 | 49 |
| 5,0 | 5,0 | 1 | b | b | b | 100 | 120 | 134 | 150 | 167 | 117 | 182 |
| | | 2 | b | 50 | 65 | 75 | 90 | 100 | 113 | 125 | 133 | 137 |
| | | 4 | 25 | 42 | 54 | 63 | 75 | 84 | 94 | 105 | 111 | 114 |
| 5,5 | 2,0 | 1 | b | b | b | b | 124 | 127 | 130 | 133 | 135 | 135 |
| | | 2 | b | b | 63 | 66 | 70 | 71 | 73 | 75 | 75 | 76 |
| | | 4 | b | 35 | 39 | 40 | 42 | 43 | 44 | 45 | 46 | 47 |
| | | 6 | 23 | 31 | 34 | 37 | 39 | 41 | 42 | 43 | 44 | 44 |
| 5,5 | 3,0 | 1 | b | b | b | b | 127 | 133 | 141 | 147 | 150 | 152 |
| | | 2 | b | b | 66 | 71 | 78 | 82 | 87 | 90 | 92 | 94 |
| | | 4 | b | 39 | 45 | 49 | 54 | 57 | 60 | 62 | 64 | 64 |
| | | 6 | 31 | 29 | 34 | 37 | 40 | 42 | 45 | 47 | 48 | 48 |
| 5,5 | 3,5 | 1 | b | b | b | b | 128 | 136 | 146 | 155 | 160 | 162 |
| | | 2 | b | b | 67 | 74 | 83 | 88 | 95 | 100 | 103 | 105 |
| | | 4 | b | 40 | 48 | 54 | 60 | 64 | 69 | 73 | 75 | 76 |
| | | 6 | 24 | 35 | 42 | 47 | 53 | 56 | 60 | 63 | 65 | 66 |
| 5,5 | 5,0 | 1 | b | b | b | b | 148 | 166 | 133 | 185 | 195 | 201 |
| | | 2 | b | b | b | 81 | 97 | 107 | 129 | 134 | 142 | 146 |
| | | 4 | b | 44 | 56 | 66 | 79 | 87 | 98 | 109 | 115 | 119 |
| | | 6 | 24 | 40 | 52 | 60 | 73 | 81 | 91 | 101 | 106 | 110 |
| 6,0 | 2,5 | 1 | b | b | b | b | 145 | 151 | 156 | 161 | 164 | 165 |
| | | 2 | b | b | 74 | 82 | 92 | 98 | 104 | 111 | 114 | 116 |
| | | 4 | b | 43 | 52 | 57 | 64 | 69 | 73 | 78 | 80 | 81 |
| | | 6 | 25 | 37 | 45 | 49 | 55 | 59 | 63 | 67 | 69 | 70 |
| 6,0 | 3,5 | 1 | b | b | b | b | 146 | 155 | 166 | 176 | 182 | 184 |
| | | 2 | b | b | 74 | 82 | 92 | 98 | 104 | 111 | 114 | 116 |
| | | 4 | b | 43 | 52 | 57 | 64 | 69 | 73 | 78 | 80 | 81 |
| | | 6 | 25 | 37 | 45 | 49 | 55 | 59 | 63 | 67 | 69 | 70 |
| 6,5 | 2,0 | 2 | b | b | b | 87 | 91 | 93 | 96 | 98 | 99 | 99 |
| | | 4 | b | 45 | 48 | 51 | 53 | 54 | 56 | 57 | 57 | 58 |
| | | 6 | b | 34 | 37 | 38 | 40 | 41 | 42 | 43 | 44 | 44 |



Scanned with OKEN Scanner

*Tabelul 1 (continuare).*

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 6,5 | 3,0 | 2 | b | b | b | 89 | 98 | 103 | 108 | 113 | 115 | 117 |
| | | 4 | b | 46 | 53 | 58 | 64 | 67 | 70 | 73 | 75 | 76 |
| | | 6 | b | 38 | 44 | 48 | 52 | 55 | 58 | 60 | 62 | 62 |
| 7,0 | 3,5 | 2 | b | b | b | 99 | 111 | 118 | 127 | 134 | 138 | 141 |
| | | 4 | b | 50 | 60 | 66 | 74 | 79 | 85 | 90 | 92 | 94 |
| | | 6 | b | 42 | 50 | 55 | 62 | 66 | 71 | 75 | 77 | 78 |

*b* — precizia specifică nu poate fi obținută cu acest număr de probe parțiale. *K* extrase dintr-un balot

camera de rezervă, un cuțit inelar din oțel și un dispozitiv pentru ascuțirea tubului de înțepare (fig. 1).

**Tehnica de prelevare**

— baloturile vor fi cîntărite în timpul prelevării probelor;

— în ambalajul balotului se taie un triunghi cu vîrful în sus astfel încît triunghiul tăiat să cadă în jos;

— tubul de înțepare se introduce în balot și scoate lîna;

— lîna din tub se împinge cu un alt dispozitiv în camera de rezervă, astfel ca tubul va fi din nou liber pentru mostra următoare.

Lîna din camera de rezervă este descărcată într-o pungă din polietilenă, care se introduce într-o casetă de tablă, închisă etanș. În timpul luării probelor se iau următoarele măsuri:

— baloturile vor fi bine fixate în timpul prelevării mostrelor;

— tubul de înțepare trebuie să intre în direcție perpendiculară pe direcția de presare a balotului;

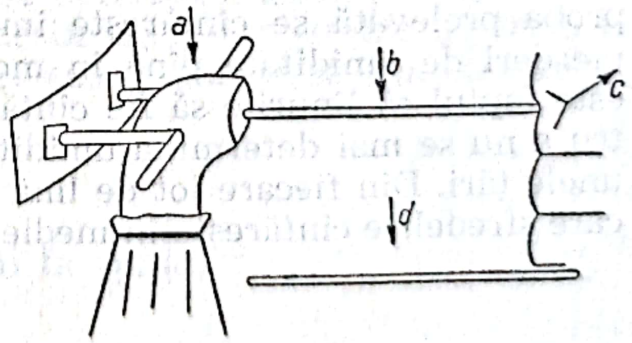



Fig. 1. Sondă de prelevat mostre:
*a* — cadrul cu suport; *b* — tub de 60 cm; *c* — cuțit inelar din oțel; *d* — tijă din lemn cu manșon de distribuție.

— punctul de penetrație se alege la întîmplare și trebuie să fie cel puțin la 8 cm de marginea balotului;

— înainte ca sonda să fie introdusă trebuie să se taie pînza de sac și să se înlăture astfel, ca tubul să intre direct în lînă;

— proba se trece în punga de polietilenă, fără să se piardă materiale și fără să se expună în atmosferă;



Scanned with OKEN Scanner

— nu este permisă folosirea repetată a sacilor de polietilenă;
— după ce se face numărul indicat de sfredeliri, se elimină excesul de aer și se închide cu ajutorul unui inel de cauciuc;
— partea demontabilă a sondei (cea prevăzută cu dinți) va fi ascuțită după 20 prelevări de mostre;
— operațiile de cîntărire a lotului și de prelevare a probelor trebuie să se execute concomitent;
— în perioada prelevării probelor nu sînt permise schimbări în condițiile de depozitare a baloturilor;
— în raportul de luarea probelor se include o specificație a baloturilor, cu greutatea fiecărui balot cît și cu greutatea declarată de furnizor.

Numărul de sfredeliri care se fac pentru o probă reprezentativă sînt date în tabelul 2.

*Tabelul 2*

**Numărul de sfredeliri ce se execută cu sonda în funcție de numărul de baloturi**

| Numărul de baloturi | Numărul de sfredeliri |
|---|---|
| 1—25 | 4 |
| 25—45 | 3 |
| 45—75 | 2 |
| peste 75 | 1 |

Pentru determinarea corectă a greutății efective a lotului de lînă, proba prelevată se cîntărește imediat ca să nu existe variații sau pierderi de umiditate pînă în momentul analizei probei. Important este faptul că lînurile să fie cîntărite în timpul luării probelor, pentru a nu se mai determina umiditatea, cum greșit se mai practică în unele țări. Din fiecare lot de lînă se scot 1 200—1 500 g de lînă. Fiecare sfredelire cîntărește în medie 10 g de lînă.

## 2. Pregătirea probelor pentru analiză

Obiectivul principal în orice sistem de eșantionare este obținerea unei probe, care să reproducă cît mai precis caracteristicile întregului lot. În sistemul de luare și pregătire a probelor de laborator pot interveni erori sistematice în alegerea probei (care este o compo-



Scanned with OKEN Scanner

nentă constantă a erorii totale și care descrește în măsura în care mostra este mai mare) și erori de eșantionare la întîmplare, care provin din diferențele întîmplătoare între probe. Ordinea de mărime a acestor erori depinde de modul de lucru a probei, de mărimea acesteia, de variabilitatea între probele unitare de calcul statistic adoptat. Aceste erori descresc cînd proba se mărește cantitativ. Pentru obținerea probelor de laborator sînt utilizate metode moderne manuale și mecanice. Omogenizarea probelor se execută numai în săli prevăzute cu instalații de climatizare.

Probele se laborator sînt cîntărite și în cazul în care există o diferență de greutate față de cea indicată pe certificatul probei se stabilește un factor de corecție ce se aplică la calculul randamentului de spălare. În vederea obținerii probelor de laborator reprezentative, omogenizarea se execută prin metoda sferturilor după linia diagonalelor.

Proba de lînă brută se desface pe o masă de omogenizare de 1 $m^2$, bine lustruită. Lîna de analizat se întinde pe o suprafață de 1 $m^2$ și se formează probele prin metoda sferturilor. Se omogenizează de trei ori refăcîndu-se după fiecare amestecare proba de formă aproximativ conică. Această probă conică se lățește și se formează un nou strat de lînă (un pătrat de grosime uniformă). Acest strat se împarte în patru părți egale (patru triunghiuri formate pe diagonalele pătratului). Se reține numai două sferturi opuse care se vor întinde din nou într-un pat de amestec peste care se așază un șablon de 1 $m^2$ prevăzut cu 16 pătrate cu latura de 25 cm.

Probele de analizat se extrag din fiecare pătrat al șablonului, se introduc în vase de material plastic închise ermetic, a căror masă este cunoscută, iar prin diferență se determină masa probei de lînă analizată. Se cîntăresc astfel trei probe de 200 g pentru determinarea randamentului la spălare, iar restul se păstrează pentru contraanaliză.

## 3. Determinarea randamentului la spălare

**Tehnica de lucru.** Se introduc probele de analizat în soluția de spălare *A* care are temperatura de (52±3)°C la un raport de flotă de 15 g lînă la un litru soluție și se agită 3 minute. Se scurge soluția printr-o sită cu ochiuri de 75 mm și apoi se stropește lîna cu un curent puternic de apă care are temperatura de 35—45°C astfel încît să se îndepărteze nisipul și impuritățile organice. Părțile organice se zdrobesc și se îndepărtează odată cu nisipul. Se usucă lîna


431.349
BIBLIOTECA JUDEȚEANĂ „GH. ASACHI" IAȘI


Scanned with OKEN Scanner

prin storcător. Mostra se spală în bazinele *2* și *3* prin repetarea procedeului de mai sus, folosind soluția *B*. După a 3-a spălare și stoarcere se spală în al 4-lea bazin cu apă la temperatura de 35—45°C timp de 3 minute, înlăturînd cu mîna pe cît este posibil, materialele străine neproteice. Se trece lîna în centrifugă (pentru îndepărtarea excesului de apă) și se usucă pînă la masă constantă la temperatura de (105±3)°C. Se determină masa absolută uscată cu o aproximație de 0,001 g.

Compoziția soluției de spălare — Soluția de spălare *A* — conține 0,3 g/l carbonat de sodiu și 0,1 g/l săpun. Este recomandabil a se adăuga și 0,3 g/l agent de chelatizare de tipul polifosfatului.

— Soluția de spălare *B* — conține 0,15 g/l carbonat de sodiu și 0,05 g/l săpun. Este recomandabil a se adăuga la soluție și 0,3 g/l agent de chelatizare de tipul polifosfatului.

*Aparatură:* trei cuve automate de spălare și una de clătire, echipate cu valțuri de stoarcere montate la fiecare cuvă, prevăzute cu indicatoare pentru semnalizarea temperaturii și dispozitive de încălzire și reglare a temperaturii; capacitatea efectivă a fiecărei cuve este de 30—50 litri și au dimensiunile: 60 cm lungime, 40 cm lățime și 23 cm adîncime; dispozitiv automat de agitare a probelor; duș de mînă prevăzut cu un cauciuc flexibil pentru a fi utilizat la clătire; centrifugă pentru îndepărtarea excesului de apă la lîna spălată înainte de a fi uscată.

## 4. Determinarea conținutului de cenușă

Determinarea conținutului de substanțe minerale constă în calcinarea unei probe reprezentative la temperatura de (750±50)°C și cîntărirea rezidului insolubil.

**Tehnica de lucru.** 5—10 g lînă absolut uscată la temperatura de (105±3)°C cîntărită cu precizia de ±0,0001 g se introduce într-un creuzet adus în prealabil la masă constantă. Fiola se cîntărește din nou, iar diferența reprezintă masa produsului absolut uscat, luat pentru determinare.

Proba cîntărită în creuzet, se arde mai întîi la flacără mică pînă la carbonizare completă. Se introduce creuzetul în cuptor și se menține la temperatura de (750±50)°C, pînă la calcinare completă. Creuzetul se lasă să se răcească într-un exicator timp de 30 minute și se cîntărește la balanță analitică. Se repetă operațiile de calcinare, răcire și cîntărire pînă la masă constantă.



Scanned with OKEN Scanner

*Aparatură:* cuptor de calcinare cu temperatura termoreglabilă; balanță analitică; creuzet de platină, porțelan.

## 5. Determinarea extractului alcoolic

În extractul alcoolic se obțin grăsimile reziduale din lînă și săpunul sau substanțele active din diferiți detergenți utilizați la spălare.

**Tehnica de lucru.** Se iau cca 10 g de lînă din proba omogenizată se usucă pînă la masă constantă la temperatura de (105±3)°C și apoi se cîntărește cu o precizie de ±0,0001 g. Se usucă balonul de extracție (pînă la masă constantă) la temperatura de (105±3)°C. Proba de analiză se introduce în extractorul aparatului Soxhlet în așa fel ca marginea superioară să nu depășească nivelul sifonului. Extracția se consideră terminată după 20 de sifonări, durata extracției fiind de cca 2 ore. După terminarea extracției se scoate cartușul cu material apoi solventul este distilat pentru recuperare pînă cînd nu mai rămîn în balon decît 3—4 g solvent cu grăsimile extrase. Se lasă balonul deschis pînă la evaporarea solventului, după care se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C, pînă la masă constantă.

După răcire în exicator, balonul se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g. Proba de lînă din cartuș se desface, se usucă la aer și apoi se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C pînă la masă constantă și se cîntărește.

*Reactivi:* alcool etilic absolut; clorură de metilen, tetraclorură de carbon.

*Aparatură:* aparat Soxhlet, balanță analitică.

## 6. Determinarea conținutului de impurități insolubile în soluție de hidroxid de sodiu 10%

Conținutul de impurități insolubile reprezintă totalitatea impurităților vegetale și nevegetale insolubile în soluție de hidroxid de sodiu 10%.

Impuritățile insolubile în soluție de hidroxid de sodiu 10% sînt: *Genus Medicago, Genus Madhuca (Bossia)* sau *Cenchrus, Genus Xanthium,* fragmente de diferite plante (semințe, paie, iarbă). În figura 2 sînt reprezentate tipurile de impurități vegetale care se găsesc în R.S.R.



Scanned with OKEN Scanner

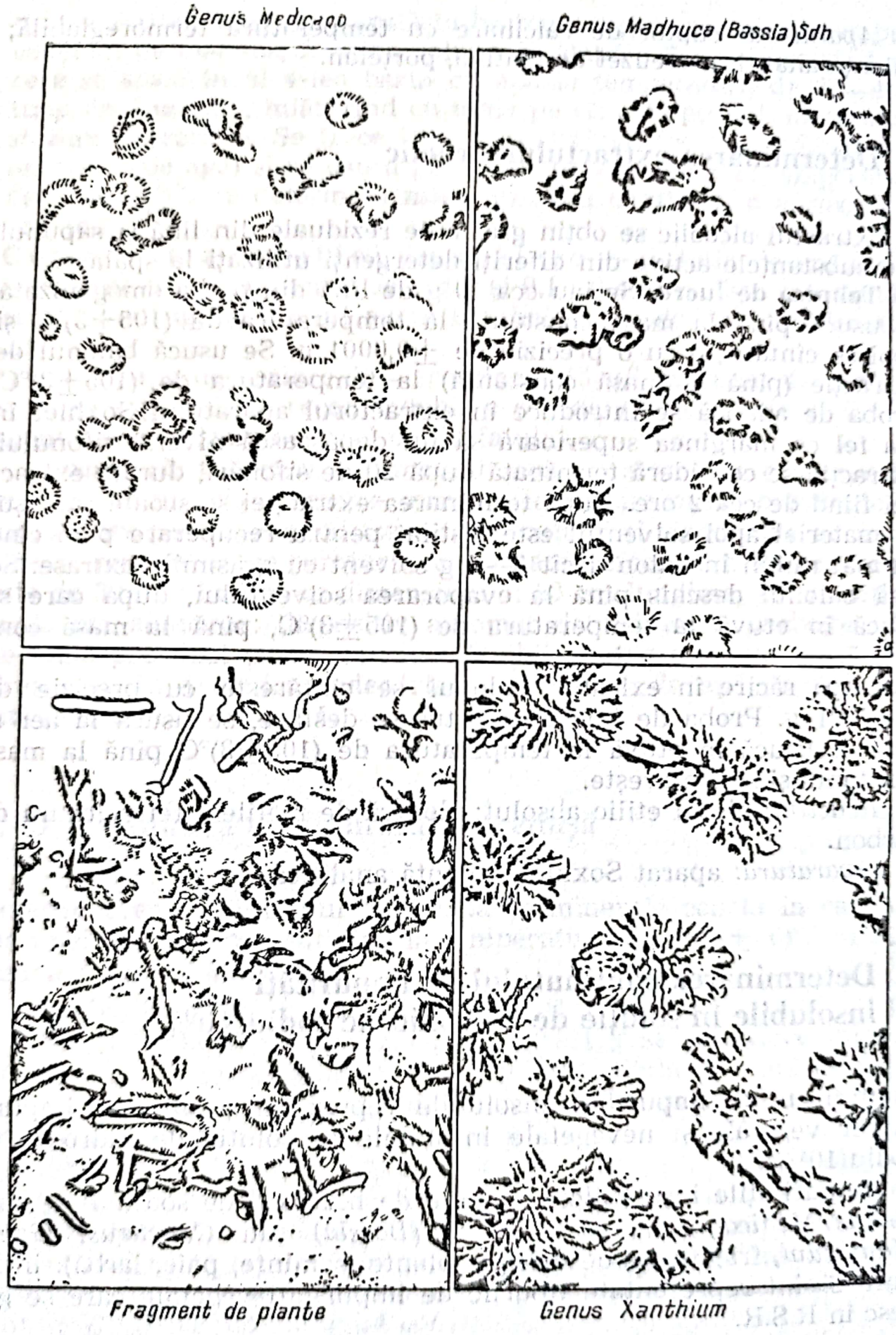



Fig. 2. Tipurile de impurităţi vegetale din R.S.R.

Scanned with OKEN Scanner

Alte impurități insolubile în soluție de hidroxid de sodiu 10% sînt: fibrele de bumbac, sfoară, bucăți de piele, hîrtie, impurități minerale.

**Tehnica de lucru.** Probele de lînă (absolut uscate după determinarea randamentului la spălare) sînt omogenizate pentru repartizarea judicioasă a impurităților vegetale în toată masa. Impuritățile vegetale se extrag manual sau cu o pensetă, se mărunțesc și se omogenizează pe toată suprafața de lînă spălată. Se omogenizează din nou, se aplică șablonul, se extrag 40 g de lînă spălată pe care se determină impuritățile vegetale și nevegetale. Proba de analizat se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C. După uscare, se acoperă fiola (care conține lînă) cu capacul, se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă. Se transferă conținutul fiolei de cîntărire în vasul cilindric care conține 600 ml soluție de hidroxid de sodiu (la fierbere) și se agită continuu timp de 3 minute. Se adaugă 1 000 ml apă distilată, se agită și se lasă să se separe impuritățile. Soluția se decantează pe sita metalică. Se spală reziduul rămas cu apă încălzită la temperatura de 35—40°C, apoi cu acid acetic și din nou cu apă pînă la reacția neutră a filtratului (verificare cu hrîtie indicatoare). Materialul rămas pe filtru se separă în impurități vegetale și alte impurități insolubile în soluție de hidroxid de sodiu, se transferă în fiole de cîntărire (aduse în prealabil la masă constantă). Fiolele cu reziduul în etuvă se usucă la temperatura de (105±3)°C, se răcesc în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntăresc cu o precizie de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă, obținînd masa impurităților vegetale și masa impurităților nevegetale.

Reziduul obținut de impurități se trece cantitativ într-un creuzet de platină adus în prealabil la masă constantă. Creuzetul cu reziduul se calcinează în cuptorul de calcinare la temperatura de (750±50)°C, timp de 2 ore. Se scoate din cuptorul de calcinare, se

*Tabelul 3*

**Factorii de corecție pentru impurități insolubile în hidroxid de sodiu 10%**

| Tipul impurităților insolubile în NaOH 10% | Factori de corecție |
|---|---|
| *Genus Xanthium, Medicago* | 1,3 |
| *Genus Madhuca* (Bassia sau *Cenchrus*) | 1,2 |
| Fragmente de impurități vegetale (paie, iarbă) | 1,6 |
| Alte impurități insolubile | 1,1 |



Scanned with OKEN Scanner

răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește cu o precizie de $\pm 0{,}0001$ g. Pentru a compensa pierderea la dizolvare suferită de unele impurități vegetale se aplică factorii de corecție din tabelul 3.

*Reactivi:* hidroxid de sodiu soluție 10%, acid acetic soluție 1%.

*Aparatură:* etuvă cu ventilație naturală pentru uscare la temperatura de $(105 \pm 3)$°C, creuzet de platină sau de porțelan; sită rezistentă la alcalii cu 1 200 ochiuri/cm²; vas cilindric de 2 000 ml rezistent la căldură.

## 7. Calculul și exprimarea rezultatelor

Determinarea randamentului de laborator, a conținutului de impurități insolubile în hidroxid de sodiu 10%, a conținutului de cenușă și a extractului alcoolic sînt necesare pentru stabilirea conținutului de lînă, a randamentului comercial și a randamentelor tehnologice.

Conținutul de lînă bază spălată $Bi$ din fiecare probă i se calculează cu formula:

$$Bi = \frac{Pi\,(100 - Ei - Ai - Ti)}{Wi}.$$

Conținutul de lînă bază spălată și materii vegetale din lîna brută se calculează cu formula:

$$B = WB\,\frac{Pi\,(100 - Ei - Ai - Ti)}{W \cdot Wi};$$

$$VM = \frac{WB \cdot Pi \cdot Vi}{W \cdot Wi};$$

$$H = \frac{WB \cdot Pi \cdot Hi}{W \cdot Wi},$$

în care:

$W$ este masa probei analizate, în g;
$WB$ — suma maselor probelor analizate, în g;
$Wi$ — masa probei de lînă brută, $i$, în g;
$Pi$ — masa probei de lînă curată și uscată, în g;
$Ei$ — conținutul de substanțe extractibile în alcool etilic, în g;
$Ai$ — conținutul de cenușă, în g;
$Vi$ — conținutul de substanțe vegetale fără cenușă, în g;



Scanned with OKEN Scanner

$Hi$ — conținutul procentual de substanțe insolubile în NaOH 10%, fără cenușă, în g;
$Bi$ — conținutul procentual de lînă bază spălată din proba $i$;
$B$ — conținutul procentual de lînă bază spălată din lîna brută, în g;
$WM$ — materii vegetale extrase libere de cenușă, în g;
$i$ — numărul de probe analizate.

Conținutul de lînă (randament comercial)=lînă bază spălată ($B$) ×1,1972.

Conținutul de substanțe vegetale și total insolubile în alcalii se calculează cu relația:

$$F_v = f_1 v_1 + f_2 v_2 + \ldots\ldots$$

$$V = \frac{100 \cdot Fv\,(W_1 - A)}{W_2},$$

în care:

$F_v$ este un factor de conversie pentru materiile vegetale;
$V$ — conținutul procentual de materii vegetale uscate fără cenușă și extract alcoolic;
$f_1 f_2$ — masa tipurilor individuale de materii vegetale prezente în impuritățile insolubile în alcalii, în g;
$v_1 v_2$ — factori de corecție pentru tipurile individuale de substanțe vegetale;
$W_1$ — masa impurităților insolubile în alcalii, absolut uscate, în g;
$W_2$ — masa probei analizate absolut uscate, în g;
$A$ — masa cenușii obținute din impuritățile insolubile, în g.

Impuritățile total insolubile în alcalii se calculează cu relațiile:

$$F_T = F_v + f_P P;$$

$$T_1 = \frac{100\,F_t\,(W_1 - A)}{W_2},$$

în care:

$F_v$, $W_1$, $W_2$ și $A$ sînt definite mai sus.
$F_T$ reprezintă media aritmetică a factorilor de corecție pentru impuritățile total insolubile în alcalii;
$T_1$ — procentul impurităților total insolubile în alcalii, cenușă și extracte alcoolice;
$f_P$ — masa fracțiunii de impurități insolubile în alcalii;
$P$ — factor de corecție pentru impuritățile nevegetale.



Scanned with OKEN Scanner

Conținutul de impurități *Genus Xanthium Medicago* se calculează cu formula:

$$H_i = \frac{100 \cdot fh Ver\,(W_1 - A)}{W_2},$$

în care:

*fh* este fracțiunea de masă a impurităților Genus Xanthium Medicago;

*Ver* — factor de corecție pentru impurițile Genus Xanthium Medicago.

Conținutul de cenușă (%) se calculează cu formula:

$$A_i = \frac{W_i}{W} \cdot 100\%,$$

în care:

$W_i$ reprezintă masa reziduului obținut prin calcinarea în grame pentru proba *i*, în g;

*W* — masa probei de lînă absolut uscată, în g;

*i* — numărul probelor analizate.

Conținutul de substanțe extractibile în alcool etilic se calculează cu formula:

$$E_i = \frac{W_i}{W_i + W} \cdot 100\%,$$

în care:

$W_i$ reprezintă masa extractului alcoolic, în g;

*W* — masa probei de lînă extrasă, în g;

*i* — numărul probelor analizate.

Conținutul de lînă spălată (randament laborator) este cantitatea de lînă spălată absolut uscată plus materiile vegetale exprimate ca procent din masa lînii cu grăsimi și o ajustare standard pentru cenușă și substanțe extrase cu alcool etilic de 2,27% cu o repriză de 17% fără corecții pentru pierderile de prelucrare.

Conținutul de lînă este un factor comun care este folosit la toate lînurile prelucrate, indiferent de metoda de lucru, nu numai pentru lînurile pieptănate dar și pentru lînurile carbonizate sau cardate. În vederea corelării conținutului de lînă și materii vegetale cu randamentele tehnologice se pot aplica unele corecții.

Azi se pretinde producătorilor să garanteze și cantitatea de pale pieptănate, pieptănătură și deșeuri recuperate, pe care o filatură o



Scanned with OKEN Scanner

va produce din lîna livrată. Pentru a transforma lîna bază spălată în randament de pale și pieptănătură se aplică factorii:

— pieptănat uscat cu mașina Schlümberger — lînă bază spălată × 1,208;

— pieptănat umed cu mașina Schlümberger — lînă bază spălată × 1,258;

— pieptănat uscat cu mașina Nőble — lînă bază spălată × 1,205;

— pieptănat umed cu mașina Nőble — lînă bază spălată × 1,255.

În baza acestor metodologii de calcul laboratoare oficializate CORE'TEST utilizează foi de calcul standardizate cu corecțiile și ajustările utilizate prin metoda I.W.T.O. și A.S.T.M.

## 8. Determinarea gradului de alb

Gradul de alb constituie unul din indicatorii principali ai fibrelor de lînă, necesare în procesul constituirii amestecurilor binare cu alte fibre care prezintă grade de alb diferite.

Gradul de alb este raportul exprimat în procente dintre factorul de reflexie difuză al suprafeței materialului fibros și factorul de reflexie difuză al oxidului de magneziu pur, ambele măsurate în porțiunea de spectru violet și albastru, pentru o zonă de lungime de undă cît mai îngustă posibil — centrată pe $(457 \pm 2{,}5)$ nm.

Pentru determinarea gradului de alb al fibrelor de lînă se determină factorul de reflexie difuză al materialului textil față de acela al unei suprafețe etalonate în raport cu oxidul de magneziu. Acești factori de reflexie difuză sînt determinați cu ajutorul unei surse de lumină cu un receptor și cu un filtru cu caracteristici spectrale care satisfac condiția de măsurare cu o lungime de undă de $(457 \pm 2{,}5)$ nm.

**Tehnica de lucru.** Fibrele de lînă se omogenizează, se piaptănă, se paralelizează întinzîndu-se bine pe o placă de aluminiu. Se așază un strat suficient de dens cît mai uniform, cu suprafața netedă, fără capete de fibre.

Cu ajutorul unei surse comune de lumină, se iluminează atît proba care se află pe suportul aparatului, la deschiderea unei sfere Ulbricht cît și suprafața interioară albă a unei a doua sfere identice.

Plusul de lumină reflectat de probă în toate direcțiile se compară cu un fascicol luminos variabil și măsurabil al aceleiași surse de lumină. Diferența de iluminare dintre cele două sfere produce



Scanned with OKEN Scanner

curenți fotoelectrici diferiți în celulele fotoelectrice dispuse în spatele celor două sfere. Această diferență este indicată de un electrometru, la care imaginea firului indicator poate fi urmărită pe un geam mat.

Prin rotirea unui tambur cu diviziuni în procente se caută poziția diafragmei de măsură la care curenții celor două celule fotoelectrice devin egali, iar firul indicator al electrometrului indică „zero". Se citește apoi pe tambur gradul de alb în procente.

*Aparatură:* fotometrul cu celulă fotoelectrică — Leucometru; sursă de lumină — Lampă cu incandescență de 6 V și 30 W.

Scanned with OKEN Scanner

Capitolul II

# Determinarea parametrilor de calitate a fibrelor liberiene, bumbac şi fibrelor chimice

Valorificarea superioară a materiilor prime utilizate în industria textilă impune cunoaşterea parametrilor de calitate a caracteristicilor şi a valorii tehnologice a acestora. Pentru stabilirea valorii tehnice, a nivelului calitativ a fibrelor celulozice (in, cînepă, bumbac) şi fibre obţinute prin procedee chimice (regenerate şi sintetice) este necesar să se aplice o metodologie unică de recepţie ştiinţifică, în baza unor procedee de măsurare obiectivă, care să asigure o bază de lucru echitabilă în sistemul marketing, să constituie pentru specialişti metode ştiinţifice de control al calităţii care să stabilească relaţii exacte între rezultatele măsurătorilor obiective şi performanţele proceselor tehnologice ulterioare.

Cunoaşterea dinamicii acumulării celulozei la fibrele celulozice naturale în decursul vegetaţiei în funcţie de condiţiile ecologice, agrotehnice, îngrăşăminte, prezintă o deosebită importanţă pentru ameliorare.

Stabilirea conţinutului de celuloză trebuie să constituie un indicator de calitate important care va da posibilitatea unei juste evaluări. Cunoaşterea conţinutului de substanţe însoţitoare (ceruri, lignină, pectină) vor da posibilitatea programării fazelor de prelucrare tehnologică (topit, filare), stabilirea valorii tehnice. Astfel s-a constatat că substanţele însoţitoare măresc rezistenţa fibrelor, însă le micşorează elasticitatea.

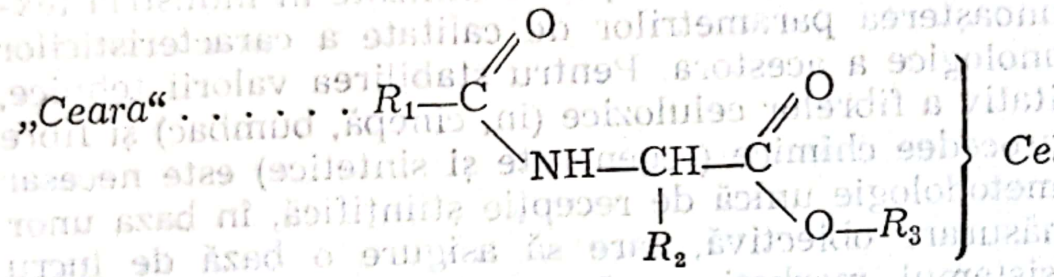
Cerurile şi grăsimile măresc moliciunea, elasticitatea şi capacitatea de filare a fibrei. Substanţele pectice îndeplinesc funcţia de impermeabilizant şi nu se elimină total prin procesul de finisare. O eliminare totală duce la o individualizare adîncă pînă la eliminarea celulelor fibroase. Îndepărtarea însoţitorilor naturali constituie obiectivul principal al operaţiilor de obţinere a fibrelor ajută la stabilirea valorii tehnice. Astfel, pectina joacă un rol important în tehnologia topitului fibrelor liberiene constituind substratul nutritiv pentru microflora specifică topitului. Acidul pectic rezultat din hidroliza pectinei imprimă fibrelor un luciu caracteristic şi le măreşte rezis-



Scanned with OKEN Scanner

tența și elasticitatea. Prezența ligninei în lamelele mediane ale fibrelor care alcătuiesc fasciculele, protejează pe acestea de atacul bacteriilor pectice și ale substanțelor chimice. Factorii de care depinde lignificarea sînt condițiile de vegetație și gradul de coacere din momentul recoltării. Îngrășămintele azotoase combat lignificarea. Conținutul mineral depinde de porțiunea tulpinei la care se referă, stadiul de creștere și coacere de condițiile agrotehnice de cultură, de felul topirii. Cu cît celuloza este mai încrustată cu substanțe însoțitoare, higroscopicitatea și conținutul mineral al fibrei crește.

Hornuff și Richter au admis existența unui complex chimic între celuloză și însoțitorii săi, cu următoarea formulă aproximativă:




în care:

$R_1$ este $C_{21}H_{43}$ sau acid stearic;

$R_2$ — poate fi un rest de acid glutamic, acid asparagic, leucină, valină, alanină;

$R_3$ — poate fi hidrogen, acid glutamic, acid asparagic, leucină, valină, alanină sau glucoză.

Substanțele pectice sînt legate de sărurile de calciu și magneziu (duritatea bumbacului) de ceruri cît și de celuloză. Putem deci presupune existența unui complex format din ceruri — substanțe pectice — săruri de calciu și magneziu. S-a constatat că cerurile sînt răspîndite atît în interiorul fibrei cît și în peretele primar și are rol de lubrifiant influențînd asupra filabilității fibrei.

Cunoașterea chimiei fibrelor textile celulozice naturale, a conținutului componentei principale — celuloza, cît și a însoțitorilor naturali constituie un pas important în justa evaluare a valorii tehnice, punerea unor baze științifice la cunoașterea mecanismului de îndepărtare a însoțitorilor naturali de pe fibrele native, la influența condițiilor de curățire asupra arhitectonicii inimitabile a acestora.

Pentru fibrele obținute prin procedee chimice, metodele chimice utilizate pentru stabilirea calității și care influențează procesele de prelucrare ulterioară sînt:

— determinarea conținutului de oligomeri;

— determinarea gradului de avivare;



Scanned with OKEN Scanner

— determinarea gradului de uleiere;
— determinarea gradului de fixare;
— determinarea conținutului de bioxid de titan.

## 1. Determinarea parametrilor calitativi a caracteristicilor fibrelor liberiene

Procedeele de măsurare obiectivă utilizate pentru stabilirea indicatorilor de calitate a fibrelor celulozice naturale (in, cînepă, bumbac) sînt:

— determinarea conținutului de celuloză;
— determinarea conținutului de lignină;
— determinarea conținutului de pectină;
— determinarea raportului lignină/celuloză;
— determinarea extractului alcooletilic-benzen;
— determinarea conținutului de cenușă;
— determinarea solubilității alcaline;
— determinarea randamentului în fibră.

### 1.1. Determinarea conținutului de celuloză

Determinarea conținutului de celuloză din fibrele celulozice-naturale (in, cînepă, bumbac) se bazează pe tratarea repetată a fibrelor cu acid azotic în soluție alcoolică și îndepărtarea pentozanilor prin tratare cu soluție de hidroxid de sodiu 1,25%.

**Tehnica de lucru.** Se introduc 1 g fibre celulozice naturale într-o fiolă de cîntărire cu capac, tarată în prealabil. Fiola de cîntărire descoperită și cu capacul alături se introduce în etuvă, la temperatura de (105±3)°C. După uscare, se scoate fiola, se acoperă, se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă. Masa se consideră constantă cînd diferența dintre două cîntăriri succesive nu depășește ±0,0001 g. Fibrele se trec într-un balon cu fund plat și se cîntărește fiola din nou, determinîndu-se astfel masa fibrei analizate. În balonul cu fibre se toarnă 50 ml amestec de acid azotic și alcool etilic; se adaptează un refrigerent ascendent și se fierbe sub reflux, pe baie de apă, timp de o oră. Soluția obținută se decantează printr-un creuzet filtrant $1G_3$, tarat în prealabil, iar reziduul obținut se fierbe încă 30 minute cu 50 ml amestec de acid azotic și alcool etilic absolut. În continuare se decantează în același creuzet,

Scanned with OKEN Scanner

se spală cu alcool etilic și se fierbe reziduul cu 25 ml soluție de hidroxid de sodiu, timp de 30 minute, pe o baie de clorură de sodiu 25%. Se filtrează din nou soluția, pe același creuzet filtrant. Reziduul se trece cantitativ cu apă distilată fierbinte. Se spală reziduul din creuzet cu apă fierbinte, cu alcool etilic și cu eter etilic. Creuzetul cu reziduu se usucă timp de 2 ore în etuvă la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește la balanța analitică.

Conținutul de celuloză se exprimă în procente față de masa probei uscate luate pentru determinare și se calculează cu relația:

$$\text{Conținut de celuloză} = \frac{R_c}{M_i} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$R_c$ este masa reziduului insolubil uscat, în g;

$M_i$ — masa probei uscate luate pentru determinare, în g.

*Aparatură:* baie de apă cu termoregulator; etuvă reglabilă la temperatura de (105±3)°C; creuzete filtrante $1G_3$ cu capac; vas de trompă cu garnitură de cauciuc.

*Reactivi:* alcool etilic absolut; acid azotic concentrat; amestec alcool etilic absolut (80 părți) și acid azotic concentrat (20 părți); hidroxid de sodiu soluție 1,25%; clorură de sodiu 25%.

## 1.2. Determinarea conținutului de lignină

Determinarea conținutului de lignină din fibrele celulozice naturale constă în hidroliza hidraților de carbon cu acid sulfuric 72% și separarea cantitativă a precipitatului rezultat.

**Tehnica de lucru.** Se cîntăresc la balanța analitică cu precizie de ±0,0001 g), 1 g fibre celulozice naturale. În același timp și din aceeași probă omogenizată se cîntăresc (cu aceeași masă) două probe pe care se determină umiditatea prin uscare în etuvă la temperatura de (105±3)°C. Proba cîntărită se introduce într-un pahar Berzelius și se adaugă încet, sub agitare, 40 $cm^3$ acid sulfuric (72%), răcit la temperatura de (13±1)°C. Se amestecă bine proba cu ajutorul unei baghete de sticlă turtită la un capăt, timp de cel puțin un minut, pînă se obține o pastă omogenă. Se lasă să stea timp de două ore la temperatura de (19±1)°C într-un termostat, agitînd frecvent conținutul paharului. Se trece cantitativ conținutul paharului într-un alt pahar Berzelius de 1 000 $cm^3$ spălînd paharul și diluînd cu 750 ml apă distilată, pînă la o concentrație a acidului sulfuric de aproximativ 3%. Apoi se fierbe timp de 4 ore fie cu un refrigerent cu



Scanned with OKEN Scanner

reflux, fie la un volum aproape constant prin adaos periodic de apă caldă în paharul Berzelius. După ce precipitatul insolubil s-a depus, se filtrează printr-un creuzet filtrant $1G_3$ tarat în prealabil într-o fiolă de cîntărire și pregătit cu pernă de naftalină după cum urmează: 25 g naftalină se dizolvă în 500 $cm^3$ alcool etilic și se încălzește pe baie de apă pînă la temperatura de 40°C. Soluția astfel obținută se filtrează printr-o hîrtie de filtru calitativă. Se adaugă filtratului 50 $cm^3$ de apă distilată pentru depunerea naftalinei. O cantitate de 20—25 $cm^3$ suspensie de naftalină, astfel obținută, se filtrează la un vid puternic, prin creuzetul filtrant $1G_3$, tarat în prealabil și se spală cu apă distilată pînă cînd apa devine clară. În creuzetul astfel pregătit se filtrează lignina. În timpul uscării ligninei naftalina se volatilizează fără reziduu. Se spală reziduul insolubil de lignină cu 500 $cm^3$ apă distilată pînă la reacție neutră (verificare cu fenolftaleină). Se recomandă ca filtrarea și spălarea să se facă la început la un vid slab, care apoi să crească treptat. După spălare, creuzetul cu reziduul le lignină se introduce într-o fiolă, tarată în prealabil și se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)° pînă la masă constantă (diferența dintre două cîntăriri succesive nu trebuie să depășească 0,0001 g). Se determină apoi conținutul de cenușă. Dacă filtrarea s-a făcut printr-un creuzet $B_3$, conținutul de cenușă se determină prin calcinarea acestuia la temperatura de (750±50)°C pînă la masă constantă. Dacă filtrarea s-a făcut printr-un creuzet $1G_3$, se ia o cantitate din reziduul rezultat, se cîntărește într-un creuzet de porțelan tarat în prealabil și se determină cenușa, prin calcinare la temperatura de (750±50)°C, pînă la masă constantă.

Conținutul de lignină, în %, raportat la masa fibroasă inițială uscată se calculează cu relația:

$$\%\ \text{lignină} = \frac{(M_1 - M) \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{M_2\,(100-U)\,(100-E)},$$

în care:

$M_1$ este masa ligninei, în g;

$M$ — masa cenușei din lignină, în g;

$M_2$ — masa fibrei celulozice naturale analizate, în g;

$U$ — umiditatea fibrelor celulozice naturale, în %;

$E$ — conținutul de substanțe extractibile în cloroform, în %.

*Aparatură:* termostat sau baie de apă cu termoregulator; etuvă reglabilă la temperatura de (105±3)°C; cuptor cu mufă (temperatura 800°C); creuzete filtrante $1G_3$ sau $B_3$; creuzete de platină, porțelan.

*Reactivi:* acid sulfuric 72% (ρ=1,6338); naftalină; alcool etilic absolut; fenolftaleină, soluție alcoolică 1%.

Scanned with OKEN Scanner

## 1.3. Determinarea conținului de substanțe pectice

Substanțele pectice reprezintă amestecuri greu separabile ale pectinei propriu-zise arabanul și adesea cu galactonul și oxilanul. Pectinele prin fierbere cu apă se solubilizează în hidropectine. Acestea prin tratare cu alcool 70% se descompun într-o parte solubilă care este alcătuită din hexapentozani (araban, xilan, galacton) și o parte insolubilă care este un ester — sare de calciu și magneziu a acidului pectic metalic și grupele COOH.

Determinarea pectinei constă în hidroliza celulozei prin fierbere și dimetiloxilarea pectinei; acizii pectici formați după o prealabilă purificare sînt transformați în sarea de calciu insolubilă care se determină gravimetric.

**Tehnica de lucru.** Se introduc, 5 g de fibre absolut uscate, cîntărite cu precizie de $\pm$0,0001 g, într-un pahar cilindric de 600 ml. Cantitatea de material fibros se ia astfel, încît după diluările care se fac, cantitatea de pectat de calciu care se obține să fie cuprinsă între 0,025 și 0,05 g. Se adaugă în paharul cilindric 150 ml oxalat de amoniu și se menține la temperatura de 85°C timp de 8 ore. În acest interval, soluția se menține la nivel constant prin adăugare de apă distilată. După trecerea timpului menționat, se filtrează conținutul paharului, iar reziduul de pe filtru se spală de 2—3 ori cu cîte 10 ml oxalat de amoniu. Filtratul și lichidul de spălare sînt colectate într-un balon cotat de 250 ml și se aduce la semn cu apă distilată. Din lichidul omogenizat se iau 50 ml, se evaporă pe baie de apă pînă la volum de 25 ml, se aduce la reacție neutră cu HCl *n*/1 și apoi se adaugă alcool etilic de 3,5 ori mai mult decît volumul lichidului, pentru a obține în soluția rezultată o concentrație de 70% alcool.

Alcoolul folosit se acidulează în prealabil cu 5—6 picături HCl concentrat și conținutul paharului se lasă în repaos timp de 3—4 ore. Precipitatul format este filtrat printr-o hîrtie de filtru bandă albastră, apoi spălat cu alcool pînă cînd apele de spălare nu mai arată prezența ionului de oxalat (nu se formează precipitat în prezența ionului de calciu). Filtrul cu precipitat este trecut într-un pahar cilindric. Se adaugă 50 ml apă slab acidulată cu amoniac (2—3 picături de amoniac soluție 25%) și se încălzește la fierbere timp de 5 minute pentru dizolvarea pectinei, apoi conținutul paharului se filtrează. Hîrtia de filtru rămasă în pahar se rupe în bucăți cu ajutorul unei baghete de sticlă, apoi se face o nouă extracție la fierbere cu cca 25 ml apă alcalinizată cu amoniac, iar conținutul este trecut pe același filtru. Se continuă spălarea filtrului cu 10—15 ml apă distilată, în 2—3 porțiuni.



Scanned with OKEN Scanner

Peste filtratul și apele de spălare care au fost colectate în același pahar, se adaugă 100 ml soluție de NaOH se amestecă și se lasă în repaus peste noapte. Soluția de pectat de sodiu este tratată apoi cu 50 ml acid acetic și 50 ml clorură de calciu. După agitare, se încălzește conținutul la fierbere timp de 5 minute, apoi în stare caldă se trece pe un creuzet filtrant $1G_4$ în prealabil uscat și tarat.

Precipitatul depectat de calciu este spălat cu apă distilată fierbinte pînă la dispariția completă a reacției clorului, apoi creuzetul cu precipitat este uscat pînă la masă constantă la temperatura de $(105\pm3)$°C.

Pentru controlul corectitudinii executării determinării după uscare și cîntărire, filtrul cu precipitat se calcinează pînă la masă constantă. În cazul cînd cenușa reprezintă mai mult de 1% din cantitatea de pectat de calciu analiza se repetă.

Pentru calculul conținutului de substanțe pectice se folosește coeficientul 0,92 de transformare al pectatului de calciu în acid pectic.

*Reactivi:* oxalat de amoniu 0,5%; acid clorhidric 37%; acid clorhidric $n/1$; alcool etilic 95%; amoniac 25%; hidroxid de sodiu $n/10$%; acid acetic $n/1$; clorură de calciu 2 $n$.

## 1.4. Determinarea substanțelor extractibile în alcool etilic-benzen

Determinarea substanțelor extractibile în alcool etilic-benzen constă în tratarea fibrelor celulozice naturale cu solvenți în aparatul Soxhlet. După extracție se evaporă solventul, iar reziduul obținut se usucă la temperatura de $(75\pm3)$°C în vid pînă la masă constantă.

**Tehnica de lucru.** Într-un cartuș de hîrtie de filtru, degresat (prin extracție sau pălare cu solvent) și tarat, se cîntăresc cu precizie de 0,1 mg, cca 5—10 g probă uscată la temperatura de $(75\pm3)$°C în vid. Cartușul cu materialul fibros se introduce în extractor. În orificiul de sifonare se introduce un tampon de vată, degresat în prealabil. Se montează balonul aparatului, absolut uscat la temperatura de $(75\pm3)$°C în vid, răcit și cîntărit cu precizie de 0,1 mg. Se introduce în balon cantitatea de alcool etilic-benzen corespunzătoare la o dată și jumătate capacitatea extractorului. Se montează refrigerentul și se așază balonul pe baia de apă electrică. Se reglează fierberea astfel încît să se facă 6...8 sifonări pe oră. Se continuă extracția cel puțin timp de 5 ore din momentul începerii sifonărilor. Extracția se consideră terminată cînd lichidul din extractor este incolor. După terminarea extracției, se desface balonul și solventul se recuperează prin distilare. Balonul cu reziduu se usucă întîi pe baie de apă și apoi în etuvă la temperatura de $(75\pm3)$°C în



Scanned with OKEN Scanner

vid, timp de o oră. Se răcește în exicator timp de 45 minute și se cîntărește. Se repetă operațiile de uscare, răcire și cîntărire pînă cînd diferența dintre cele două cîntăriri nu va depăși 0,1 mg. Timpul total de uscare nu va depăși 5 ore.

Conținutul de substanțe extractibile în alcool etilic-benzen se calculează cu relația:

$$\% \text{ substanțe extractibile} = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m$ este masa materialului fibros analizat, în g;

$m_1$ — masa extractului uscat, în g.

*Aparatură:* aparat de extracție Soxhlet cu capacitatea extractorului de 100 $cm^3$.

*Reactivi:* alcool etilic-benzen: se amestecă o parte alcool etilic 96% vol cu două părți benzen.

## 1.5. Determinarea cenușii

Prin conținutul de cenușă se înțelege partea minerală rămasă după calcinare pînă la masă constantă, la temperatura de (575±25)°C, a unei probe, din materialul analizat. Metoda constă în combustia substanțelor organice și separarea substanțelor minerale prin calcinare.

**Tehnica de lucru.** Se calcinează timp de 60 minute, creuzetul în care se va face cenușa la temperatura de 600°C, se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește cu precizie de ±0,00001 g. Se repetă operația pînă la masă constantă cînd diferența dintre două cîntăriri succesive nu trebuie să depășească 0,0002 g. În creuzetul adus la masă constantă se introduc 2 g material fibros absolut uscat la temperatura de (105±3)°C. Creuzetul cu material se introduce în cuptor, unde se calcinează pînă cînd nu se mai văd urme de cărbune în material. La început se lasă ușa cuptorului deschisă, se urmărește ca arderea materialului să aibă loc lent, pentru a se evita pierderea de material printr-o degajare violentă a gazelor rezultate prin combustie. După arderea cu flacără a materialului de analizat, ușa cuptorului se închide. Temperatura de combustie trebuie să fie de (550—600)°C. După arderea completă a materialului fibros analizat, creuzetul cu cenușă se scoate din cuptor, se răcește în exicator și se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g. Se repetă operația de mai sus, pînă cînd două cîntăriri succesive a creuzetului cu cenușă, menținut în cuptor timp de 30 minute dau o diferență mai mică de 0,0002 g. Creuzetele de porțelan se răcesc în exicator timp



Scanned with OKEN Scanner

de 30 minute, iar cele de platină timp de 15 minute. În timpul răcirii și cîntăririi creuzetele cu cenușă sînt acoperite cu capace pentru a se evita absorbția umidității din aer.

Conținutul de cenușă se calculează cu relația:

$$\text{Cenușă } \% = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa reziduului insolubil uscat, în g;

$m$ — masa probei uscate, în g.

*Aparatură:* balanță analitică cu precizie de cîntărire de $\pm 0{,}0001$ g; etuvă reglabilă la temperatura de $(105 \pm 3)$°C; cuptor cu mufă, termoreglabil; creuzete de platină, de cuarț sau porțelan.

## 1.6. Determinarea solubilității alcaline

În procesul de prelucrare tehnologică fibrele celulozice naturale sînt supuse la tratamente alcaline pentru înlăturarea însoțitorilor naturali. În urma acestor tratamente au loc pierderi de masă a fibrelor, care în funcție de gradul mediu de polimerizare al acestora pot varia în limite destul de largi, fapt ce ajută pe tehnolog la justificarea pierderii de masă a materialului fibros. Testul constă în măsurarea pierderii de masă în soluție de carbonat de sodiu la fierbere, din care se scade pierderea de masă în apă distilată la fierbere, obținîndu-se astfel solubilitatea alcalină a fibrei.

**Tehnica de lucru.** Se introduce 2 g fibre celulozice naturale, uscată pînă la masă constantă, la temperatura de $(105 \pm 3)$°C, cîntărite cu precizie de $\pm 0{,}1$ mg, într-un vas Erlenmeyer de 100 ml, care conține 50 ml soluție carbonat de sodiu. Se adaptează un refrigerent și se fierbe încet, sub reflux timp de $2^1/_2$ ore. Se decantează soluția pe un creuzet filtrant $1G_2$, tarat în prealabil. Se adaugă, în continuare, în vasul Erlenmeyer, 20 ml apă distilată încălzită la temperatura de 70°C și se trece în creuzet. Se spală din nou reziduul cu 200 ml apă încălzită la temperatura de 75°C. Se trece reziduul pe filtru cu o cantitate suplimentară de apă distilată. Se spală din nou cu 200 ml apă distilată, încălzită la temperatura de 70°C și apoi cu apă distilată rece, pînă la reacție neutră. Se usucă creuzetul cu reziduu pînă la masă constantă în etuvă, la temperatura de $(105 \pm 3)$°C și se cîntărește cu precizie de $\pm 0{,}1$ mg, reprezentînd pierderea de masă în soluții alcaline și apă. Pe a doua probă, de aceeași masă, absolut uscată și cîntărită cu precizie de $\pm 0{,}0001$ g, se determină pierderea de masă în apă distilată la fierbere. Proba astfel cîntărită



Scanned with OKEN Scanner

se introduce într-un vas Erlenmeyer care conține 50 g apă distilată la fierbere. Se adaptează un refrigerent cu reflux și se fierbe moderat timp de $2^1/_2$ ore. Soluția din vasul Erlenmeyer se trece pe un creuzet filtrant $1G_2$ tarat în prealabil. Se continuă spălarea cu 200 ml apă distilată, încălzită la temperatura de 70°C în modul indicat mai sus. Creuzetul cu reziduul se usucă pînă la masă constantă, în etuvă, la temperatura de (105±3)°C și se determină pierderea de masă în apă distilată. Diferența dintre pierderea de masă în soluții alcaline și pierderea de masă în apă distilată reprezintă solubilitatea alcalină.

*Reactivi:* carbonat de sodiu — soluție 5%.

### 1.7. Determinarea randamentului în fibră

Randamentul în fibră în cazul fibrelor celulozice naturale este însăși conținutul de celuloză a cărei determinare s-a dat la pct. 1.1. Conținutul de celuloză raportat la masa fibroasă absolut uscată brută, trebuie să constituie un factor important în stabilirea calității. Impunînd ca plata fibrelor celulozice naturale să se facă în baza conținutului de celuloză, care să se raporteze la un randament de referință, va constitui și o stimulare a producătorului în obținerea unei producții corelate cu necesitățile industriei prelucrătoare de fibre celulozice naturale. Conținutul de celuloză, lignină, substanțe extractibile în alcool etilic-benzen, cenușă și solubilitate alcalină trebuie să constituie caracteristici de bază în evaluarea calității.

Este necesar ca acești parametrii să fie standardizați și declarați ca parametrii oficiali de taxare standardizată, care să constituie factori determinanți în sistemul marketing al acestora.

De asemenea raportul lignină/celuloză constituie un factor de verificare a modului exact de determinare a celor doi parametrii calitativi care trebuie să fie constant.

## 2. Determinarea parametrilor de calitate a caracteristicilor fibrelor obținute prin procedee chimice

Pentru fibrele obținute prin procedee chimice metodele chimice necesare pentru stabilirea parametrilor de calitate și care influențează procesele de prelucrare ulterioare sînt:

— determinarea produselor de avivare;



Scanned with OKEN Scanner

— determinarea solubilității în soluții diluate de hidroxid de sodiu;
— determinarea conținutului de oligomeri;
— determinarea produselor de uleiere;
— determinarea produselor de matisare;
— determinarea gradului de alb.

## 2.1. Determinarea conținutului de substanțe de avivare.

În vederea măririi gradului de prelucrabilitate în filatură, fibrele chimice obținute din polimeri naturali cît și cele obținute din polimeri sintetici sînt tratate cu diverse produse de avivare. În funcție de natura produselor de avivare utilizate azi vom da și tehnica de lucru specifică produsului și fibrei respective.

Determinarea conținutului substanțelor de avivare se face în funcție de natura avivajului și a fibrei prin următoarele metode:
— metoda volumetrică, pentru fibre poliamidice;
— metoda prin extracție cu solvenți, pentru fibre acrilice, poliesterice și celofibre;
— metoda prin spălare cu apă pentru fire de mătase viscoză.

### 2.1.1. Determinarea produselor de avivare la fibrele poliamidice

Metoda de determinare a produselor de avivare de pe fibrele poliamidice constă în extragerea lor prin fierberea probei cu apă distilată și titrare cu acid clorhidric *n*/10, în prezență de metiloranj ca indicator.

**Tehnica de lucru.** Se introduc într-un vas Erlenmeyer 10 g material fibros, absolut uscat la temperatura de 75°C în etuvă cu vid, cîntărit cu precizie de ±0,1 mg. Se adaugă apă distilată, astfel încît să se acopere fibrele. Se încălzește la fierbere, timp de 30 minute, agitînd ușor cu bagheta. Se filtrează pe un creuzet filtrant la vid, spălînd fibrele de două ori cu cîte 50 $cm^3$ apă distilată. Se răcește filtratul la temperatura camerei și se aduce la balon cotat de 500 ml. Se iau 100 ml din soluție, se introduc într-un vas Elenmeyer și se titrează cu acid clorhidric *n*/10 în prezență de metiloranj pînă la virajul indicatorului. În cazul cînd soluția prezintă reacție alcalină față de fenolftaleină, se neutralizează alcalinitatea liberă.

Conținutul de substanțe de avivare, exprimat în oleat de sodiu, se calculează cu relația:

$$\text{Substanțe de avivare (oleat de sodiu)} = \frac{V \cdot 0{,}0304 \cdot 5}{m} \cdot 100 \quad [\%]$$



Scanned with OKEN Scanner

în care:

$V$ este volumul de acid clorhidric $n/10$, utilizat la titrare, în $cm^3$;

0,0304 — cantitatea de oleat de sodiu, în g, corespunzătoare la 1 $cm^3$ acid clorhidric $n/10$;

$m$ — masa probei de analizat, uscată, luată pentru determinare, în g.

*Reactivi:* acid clorhidric $n/10$; fenolftaleină soluție alcoolică 1%; metiloranj, soluție 0,1%.

### 2.1.2. Determinarea produselor de avivare la fibrele acrilice, poliesterice și celofibră

Determinarea produselor de avivare de pe fibrele acrilice, poliesterice și celofibră constă în extracția cu solvent specific. Reziduul obținut și proba extrasă se usucă și se cîntărește. Solvenții de extracție utilizați sînt:

— alcool metilic — pentru fibrele poliesterice;

— amestec alcool etilic — benzen (1 : 2) vol — pentru celofibră;

— apă distilată pentru fibre acrilice.

**Tehnica de lucru.** 5—10 g fibre, absolut uscate la temperatura de 75°C, în etuvă cu vid și cîntărite cu precizie de $\pm 0{,}0001$ g, se introduc în cartușul aparatului Soxhlet. În balonul aparatului Soxhlet se introduc 100 ... 200 $cm^3$ solvent de extracție, corespunzător fibrei analizate. Se montează aparatul și se aduce la fierbere. Timpul de extracție este:

— 2 ore (minimum 10 sifonări) pentru fibrele poliesterice și acrilice;

— minimum 5 ore, din momentul începerii sifonărilor pentru celofibră (extracția se consideră terminată cînd lichidul din extractor este incolor).

După terminarea extracției se oprește încălzirea, lăsînd aparatul să se răcească. Refrigerentul se spală cu solvenți sau cu apă distilată, pe la partea superioară. Se continuă determinarea după cum urmează:

*a) prin determinarea masei fibrelor după extracție, în cazul fibrelor poliesterice.*

Fibrele extrase se scot din cartuș, se introduc într-o fiolă de cîntărire tarată în prealabil.



Scanned with OKEN Scanner

*b) prin determinarea masei substanțelor extrase, în celelalte cazuri.*

Pentru fibrele acrilice, lichidul de extracție din balonul aparatului Soxhlet se trece cantitativ într-un balon cotat de 250 $cm^3$ completîndu-se pînă la semn cu apă distilată. Din balonul cotat se iau cu pipeta 50 $cm^3$ lichid și se introduc într-o capsulă de porțelan tarată în prealabil și se evaporă la sec. După răcire în exicator se cîntărește la balanța analitică. Se repetă operația de uscare, răcire și cîntărire pînă la masă constantă.

Pentru celofibră, balonul de extracție după recuperarea solventului de distilare se usucă mai întîi pe baie de apă, apoi în etuvă cu vid la temperatura de 75°C timp de 6 ... 12 ore. După răcire în exicator se cîntărește la balanța analitică. Se repetă operațiile de uscare, răcire și cîntărire pînă la masă constantă.

Conținutul de substanțe de avivare, în cazul determinării masei fibrelor după extracție se calculează cu relația:

$$\text{Substanțe de avivare} = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa fiolei și a probei analizate uscată, în g;

$m_2$ — masa fiolei și a probei extrase uscată, în g;

$m$ — masa probei analizate uscată, în g.

Conținutul de substanțe de avivare, în cazul determinării masei substanțelor extrase, se calculează cu relația:

$$\text{Substanțe de avivare} = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa reziduului rămas după evaporarea solventului, în g;

$m$ — masa probei uscate analizată, în g;

$V_1$ — volumul la care a fost adusă soluția obținută la extracție, în $cm^3$;

$V_2$ — volumul soluției luate pentru evaporare, în $cm^3$.

*Aparatură:* aparat de extracție Soxhlet; etuvă cu vid termoreglabilă.

*Reactivi:* alcool metilic; amestec alcool etilic (96% vol) — benzen (1 : 2).



Scanned with OKEN Scanner

### 2.1.3. Determinarea substanţelor de avivare la fire viscoză

Determinarea substanţelor de avivare de pe firele viscoză constă în extragerea prin spălare cu apă distilată la temperatura de 75°C, uscare şi cîntărire.

**Tehnica de lucru.** 10 g fire de viscoză se usucă în etuvă cu vid, la temperatura de 75°C şi se cîntăresc cu precizie de $\pm 0{,}0001$ g. Proba cîntărită se introduce într-un vas Berzelius şi se spală cu apă încălzită la temperatura de 75°C, pînă cînd apa de spălare devine limpede. Firele de viscoză se aspiră pe o pîlnie Büchner, se trec într-o fiolă de cîntărire, tarată în prealabil, şi se usucă în etuvă cu vid, la temperatura de 75°C, pînă la masă constantă.

Conţinutul de substanţe de avivare se calculează cu relaţia:

$$\text{Substanţe de avivare} = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa fiolei şi a probei uscate analizate, înainte de spălare, în g;

$m_2$ — masa fiolei şi a probei analizate după spălare uscate, în g;

$m$ — masa probei analizate uscată înainte de spălare, în g.

## 2.2. Determinarea substanţelor solubile în soluţii diluate de hidroxid de sodiu

Fibrele de celofibră conţin celuloze cu grad mic de polimerizare, care sînt solubile în soluţii de hidroxid de sodiu şi anume — 5% pentru celofibra tip bumbac şi 6% pentru celofibra tip lînă. Aceste substanţe solubile în soluţii diluate de hidroxid de sodiu, prezintă pierderi de masă necesare a fi determinate, întrucît atunci cînd sînt în cantităţi mari canstituie pierderi mari de masă fibroasă în timpul prelucrărilor tehnologice. Acestea nu pot fi justificate, în cazul cînd aceste determinări nu sînt efectuate pe lotul de celofibră livrat de furnizor.

Determinarea conţinutului de substanţe solubile în soluţie de hidroxid de sodiu se efectuează prin următoarele metode:

— metodă volumetrică;

— metodă gravimetrică.



Scanned with OKEN Scanner

### 2.2.1. Metoda volumetrică

Determinarea conținutului de celuloze cu grad mic de polimerizare prin metoda volumetrică constă în tratarea celofibrei cu soluție diluată de hidroxid de sodiu. În filtratul obținut, în mediu acid, se introduce în exces soluție de bicromat de potasiu. Excesul de bicromat de potasiu se tratează cu iodură de potasiu. Iodul pus în libertate se titrează cu tiosulfat de sodiu, în prezența soluției de amidon, ca indicator.

**Tehnica de lucru.** Se introduc 5 g celofibră dezavivată și uscată la temperatura de (105±3)°C, cîntărită cu precizie de ±0,0001 g, într-un vas conic și se tratează cu 100 cm³ soluție de hidroxid de sodiu, răcită în prealabil la temperatura de 18°C. Se introduce într-un termostat, la temperatura de 20°C și se menține proba la această temperatură timp de 30 minute. Apoi se diluează soluția cu 100 cm³ apă distilată, avînd temperatura de 20°C și se omogenizează bine. Se filtrează soluția la vid printr-un creuzet filtrant $1G_2$. Se pipetează cîte 5 cm³ filtrat în 2 vase conice, în care se adaugă cîte 5 cm³ soluție de bicromat de potasiu și 10 cm³ acid sulfuric. Vasele conice se introduc în etuvă și se menținîn timp de o oră la temperatura de (105±3)°C. Soluția se răcește, după care se diluează pînă la 300 cm³ cu apă distilată. Se adaugă 10 cm³ soluție de iodură de potasiu, se agită, apoi se lasă în vasul conic închis cu dop rodat la întuneric.

Iodul format se titrează cu soluție de tiosulfat de sodiu în prezența amidonului. Amidonul se adaugă în momentul în care culoarea soluției devine galbenă. Separat se execută o probă martor.

Conținutul de substanțe solubile în soluție de hidroxid de sodiu se calculează cu relația:

$$\text{Substanțe solubile} = \frac{(V_1 - V_2 \cdot 0.0049 \cdot 0{,}1376 \cdot 40}{m} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$V_1$ este volumul de tiosulfat de sodiu soluție $n/10$, folosit la titrarea probei martor, în cm³;

$V_2$ — volumul de tiosulfat de sodiu soluție $n/10$, folosit la titrarea probei de analizat, în cm³;

0,0049 — cantitatea de bicromat de potasiu, în g corespunzătoare la 1 cm³ tiosulfat de sodiu soluție $n/10$;

0,1376 — cantitatea de celuloză, în g, corespunzătoare la 1 g bicromat de potasiu;

$m$ — masa probei analizată, dezavivată, absolut uscată, în g.



Scanned with OKEN Scanner

*Reactivi:* hidroxid de sodiu soluție 5% sau 6%; bicromat de potasiu soluție $n/1$; acid sulfuric ($\rho$=1,84); iodură de potasiu, soluție 10%; tiosulfat de sodiu soluție $n/10$; amidon, soluție 1%.

### 2.2.2. Metoda gravimetrică

Pentru determinarea gravimetrică a substanțelor celulozice solubile se tratează celofibra cu soluție de hidroxid de sodiu 5% sau 6%, apoi se neutralizează cu soluție de acid clorhidric 1% și se spală cu apă distilată. Se usucă și se cîntărește reziduul insolubil.

**Tehnica de lucru. Se introduc într-un vas conic 2 g celofibră** dezavivată și absolut uscată la temperatura de (105±3)°C, cîntărită cu precizia de ±0,0001 g. Se adaugă 100 cm³ soluție de hidroxid de sodiu, răcită în prealabil la temperatura de 18°C. Se introduce proba într-un termostat, la temperatura de 20°C și se menține la această temperatură timp de 30 minute. Apoi soluția se diluează cu 100 cm³ apă distilată, avînd temperatura de 20°C și se omogenizează. Se filtrează soluția la vid, printr-un creuzet filtrant $1G_2$, adus în prealabil la masă constantă. După filtrare, se spală creuzetul filtrant cu 100 cm³ apă distilată, cu 200 cm³ acid clorhidric 1% și din nou cu apă distilată, pînă la reacție neutră. Se usucă creuzetul cu reziduul în etuvă, la temperatura de (105±3)°C, pînă la masă constantă.

Conținutul de substanțe solubile în soluție de hidroxid de sodiu se calculează cu relația:

$$\text{Substanțe solubile în NaOH} = \frac{m-(m_2-m_1)}{m} \cdot 100 \qquad [\%],$$

în care:

$m$ este masa probei pentru analiză, dezavivată și uscată pînă la masă constantă, luată pentru determinare, în g;

$m_1$ — masa creuzetului filtrant, uscat la masă constantă, în g;

$m_2$ — masa creuzetului cu celofibră după tratări cu soluție de hidroxid de sodiu și uscare la masă constantă, în g.

*Reactivi:* hidroxid de sodiu, soluție 5% sau 6%; acid clorhidric 1%.

## 2.3. Determinarea conținutului de oligomeri

Conținutul de oligomeri și în special a conținutului de caprolactamă se determină refractometric, metoda aplicabilă fibrelor cu conținut mic de monomeri. Metoda refractometrică se bazează pe determinarea indicelui de refracție al soluțiilor de oligomeri, care crește



Scanned with OKEN Scanner

direct proporţional cu concentraţiile acestora în soluţie aproasă. Pentru determinarea indicelui de refracţie se foloseşte: refractometrul Zeiss cu imersie, instalaţia de temperare şi paharele de temperare în care se introduce soluţia de analizat (fig. 3).

Refractometrul Zeiss *1* se compune din: prismă neîncălzibilă *1* cu domeniul de măsurare în indici de refracţie 1,3254—1,3664 com-

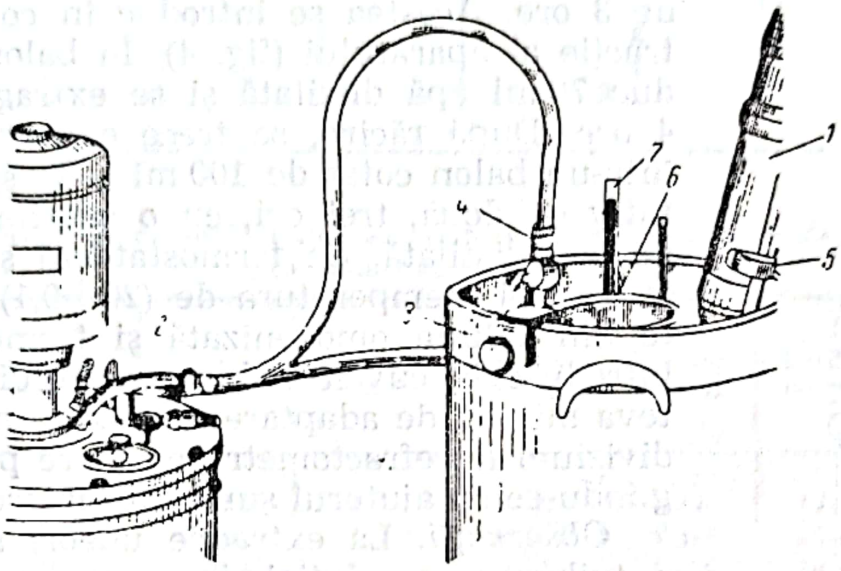



Fig. 3. Refractometrul cu imersie Zeiss:
*1* — refractometru cu prismă; *2* — termostat universal Wöbbser; *3* — vas cu manta de izolare; *4* — tub preaplin; *5* — suport oglindă; *6* —cuve de sticlă; *7* — termometru.

pensator, obiectiv, şurub de mare precizie pentru citirea diviziunilor şi ocular. Măsurarea cu refractometrul se bazează pe observarea liniei de delimitare a dungii de lumină de pe scara gradată, cuprinsă între 5—105 în cîmpul vizibil al ocularului. În general, se cufundă prisma direct în lichidul de analizat şi luminînd suprafaţa de luminat, prin ocular, se văd două cîmpuri diferit luminate. Aspectul liniei de separare, adusă în prealabil la incolor, nu se schimbă, întrucît depinde numai de temperatură şi iluminare, respectiv de proprietăţile substanţei de cercetat. Indicele de refracţie a lichidelor, care permite calculul conţinutului de oligomeri, variază cu temperatura. Pentru determinarea conţinutului de oligomeri, este necesar să se stabilească curbe de etalonare. Determinări precise se efectuează întotdeauna la temperaturi constante; pentru aceasta servesc instalaţiile de temperare. Instalaţia de temperare este alcătuită din două părţi: termostatul universal Wöbbser *2* şi instalaţia de temperare propriu-zisă, care se compune dintr-un vas de email cu manta de izolare *3*, prevăzută cu un tub preaplin *4*, un tub de alimentare cu



Scanned with OKEN Scanner

apă prins de vas, în unghi de 45° față de preaplin, suportul cu oglindă 5, prins în partea opusă a preaplinului (în care se montează refractometrul), suportul pentru cele 12 cuve de sticlă 6 și termometrul 7, pentru măsurarea exactă a temperaturii băii.

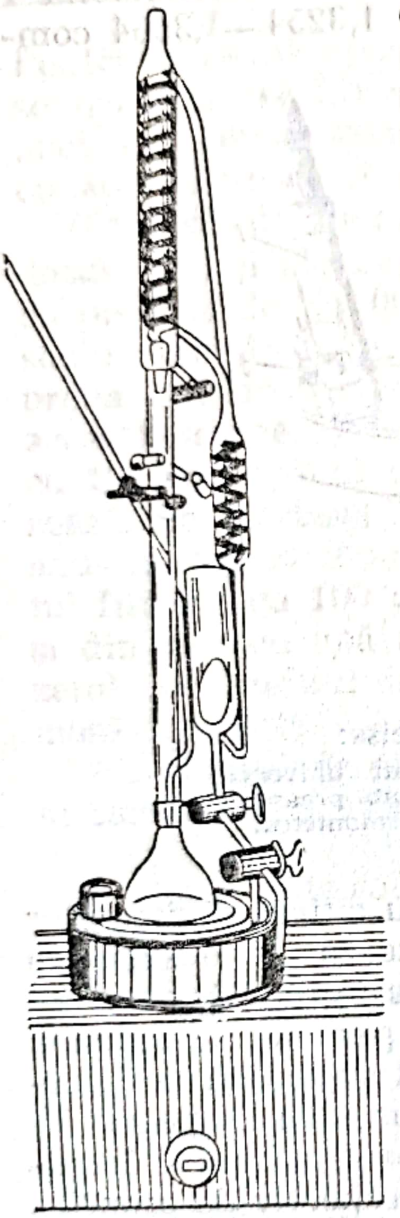


Fig. 4. Aparat pentru extracția oligomerilor.

**Tehnica de lucru.** Se cîntăresc cu precizie de $\pm$0,0001 g, 3 g fibre, dezavivate și uscate în etuvă cu vid, la temperatura de (60$\pm$5)°C timp de 3 ore. Acestea se introduc în coșul de extracție al aparatului (fig. 4). În balon se introduc 70 ml apă distilată și se extrage timp de 4 ore. După răcire, se trece extractul obținut într-un balon cotat de 100 ml și se spală cantitativ de două, trei ori, cu o cantitate minimă de apă distilată. Se termostatează și se aduce la semn la temperatura de (20$\pm$0,1)°C. O parte din soluția omogenizată și termostatată se introduce în cuvele refractometrului. După cîteva minute de adaptare, se citește numărul de diviziuni la refractometru cu mare precizie, reglîndu-se cu ajutorul șurubului micrometric.

*Observații.* La extracție uneori se produce o tulburare a soluției din cauza prafului format prin frecare. În aceste cazuri, soluția se filtrează prin creuzet filtrant $1G_3$. Trebuie observat ca în vasul de temperare să nu existe bule de gaz, care se depun pe peretele de măsurat și denaturează rezultatul.

Conținutul de oligomeri se calculează cu relația:

$$\text{Conținut oligomeri} = \frac{0.245\,(n-14{,}5)}{m} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

14,5 este constanta apei;
0,245 — constanta refractometrului;
$n$ — număr de diviziuni citite la refractometru;
$m$ — masa fibrelor sintetice analizate, în g.

Conținutul de caprolactamă se determină pe curbe de etalonare stabilite, sau se iau din tabelul 5, care dă conversia fracțiunilor de scală citite la refractometrul cu imersie Zeiss, în conținut procentual de caprolactamă. În funcție de natura materialului se mai dă timpul de extracție și durata uscării prealabile, la etuvă (tabelul 5).



Scanned with OKEN Scanner

Tabelele 4 și 5 sînt valabile numai pentru 3 g fire, ale căror extracte au fost aduse la balon cotat de 100 ml.

*Tabelul 4*

**Timpul de extracție și durata uscării diferitelor materiale textile**

| Materiale | Durata uscării ore | Masa probei g | Timpul de extracție ore |
|---|---|---|---|
| Mătase filată | 2 | 3 g | 1,5 |
| Mătase etirată | 1,5 | 3 g | 1,5 |
| Păr de perii | 2 | 3 g | 4 |

*Tabelul 5*

**Conversia fracțiunilor de scală citite la refractometru cu imersie Zeiss, în conținut procentual de caprolactamă**

| Fracțiuni de scală | Caprolactamă % | Fracțiuni de scală | Caprolactamă % | Fracțiuni de scală | Caprolactamă % | Fracțiuni de scală | Caprolactamă % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 14,505 | 0,12 | 14,680 | 1,55 | 14,570 | 0,65 | 14,835 | 2,81 |
| 14,510 | 0,16 | 14,685 | 1,59 | 14,575 | 0,69 | 14,840 | 2,86 |
| 14,515 | 0,20 | 14,690 | 1,63 | 14,580 | 0,73 | 14,845 | 2,90 |
| 14,520 | 0,25 | 14,695 | 1,67 | 14,585 | 0,77 | 14,850 | 2,94 |
| 14,525 | 0,28 | 14,700 | 1,71 | 14,590 | 0,81 | 14,855 | 2,98 |
| 14,530 | 0,32 | 14,705 | 1,76 | 14,595 | 0,85 | 14,860 | 3,02 |
| 14,535 | 0,36 | 14,710 | 1,79 | 14,600 | 0,90 | 14,865 | 3,06 |
| 14,540 | 0,41 | 14,715 | 1,83 | 14,605 | 0,94 | 14,870 | 3,10 |
| 14,545 | 0,45 | 14,720 | 1,85 | 14,610 | 0,98 | 14,875 | 3,14 |
| 14,550 | 0,49 | 14,725 | 1,88 | 14,615 | 1,02 | 14,880 | 3,19 |
| 14,555 | 0,53 | 14,730 | 1,92 | 14,620 | 1,03 | 14,885 | 3,22 |
| 14,560 | 0,57 | 14,735 | 1,96 | 14,625 | 1,10 | 14,890 | 3,26 |
| 14,565 | 0,61 | 14,740 | 2,00 | 14,630 | 1,14 | 14,895 | 3,30 |
| 14,635 | 1,18 | 14,745 | 2,04 | 14,790 | 2,41 | 14,900 | 3,35 |
| 14,640 | 1,22 | 14,750 | 2,08 | 14,795 | 2,49 | 14,905 | 3,39 |
| 14,645 | 1,26 | 14,755 | 2,12 | 14,800 | 2,53 | 14,910 | 3,43 |
| 14,650 | 1,30 | 14,760 | 2,16 | 14,805 | 2,57 | 14,915 | 3,47 |
| 14,655 | 1,34 | 14,765 | 2,20 | 14,810 | 2,61 | 14,920 | 3,51 |
| 14,660 | 1,39 | 14,770 | 2,25 | 14,815 | 2,65 | 14,925 | 3,55 |
| 14,665 | 1,46 | 14,775 | 2,28 | 14,820 | 2,69 | 14,930 | 3,59 |
| 14,670 | 1,47 | 14,780 | 2,32 | 14,825 | 2,74 | 14,935 | 3,63 |
| 14,675 | 1,51 | 14,785 | 2,37 | 14,830 | 2,77 | 14,940 | 3,68 |

## 2.4. Determinarea conținutului de substanțe de uleiere

Determinarea conținutului de substanțe de uleiere se execută prin extracție într-un aparat tip Soxhlet, utilizînd ca solvent eter de



Scanned with OKEN Scanner

petrol pentru fibrele poliamidice și sulfură de carbon pentru firele viscoză.

**Tehnica de lucru.** Se cîntăresc cu precizie de ±0,0001 g, 5—10 g fibre, absolut uscate în etuvă cu vid, la temperatura de 75°C. Acestea se introduc în cartușul aparatului de extracție, adăugîndu-se 100 $cm^3$ solvent specific, în funcție de fibrele analizate și anume: eter de petrol pentru fibrele poliamidice și sulfură de carbon pentru firele viscoză. Durata extracției este de 2 ore și minimum 12 sifonări, după care proba de fibre sintetice se introduce într-o fiolă de cîntărire, tarată în prealabil și se usucă pînă la masă constantă în etuvă cu vid, la temperatura de 75°C. În cazul extracției cu sulfură de carbon, se îndepărtează solventul din balonul cu extract, prin distilare. Se introduce balonul în etuvă cu vid și se usucă pînă la masă constantă, la temperatura de 75°C.

$$\text{Produse de uleiere} = \frac{m}{m_i} \cdot 100 \qquad [\%],$$

în care:

$m$ — masa uleiului extras, în g;

$m_i$ — masa fibrelor analizate, în g.

*Reactivi:* eter de petrol; sulfură de carbon.

*Aparatură:* aparat de extracție tip Soxhlet.

## 2.5. Determinarea produselor de matisare

Determinarea produselor de matisare constă în dezagregarea cenușii materialului fibros și colorimetrarea soluției obținute.

**Tehnica de lucru.** Se cîntăresc cu precizie de ± 0,0001 g, 2,5 g fibre absolut uscate, care se calcinează la temperatura de 700—800°C, se carbonizează lent, timp de 2—3 ore și apoi se calcinează în cuptor, timp de 30 minute.

Cenușa din creuzet se dezagregă cu 1—2 g sulfat de amoniu și se continuă dezagregarea cu cca 15 $cm^3$ acid sulfuric. Se încălzește la flacără, pe sită, pînă ce tot precipitatul s-a dizolvat și soluția a devenit limpede (cca o oră după apariția vaporilor albi). După răcirea creuzetului, se aduce cantitativ conținutul într-un balon cotat de 100 $cm^3$. Se adaugă 2 $cm^3$ apă oxigenată și se aduce la semn cu apă distilată. Soluția astfel obținută se colorimetrează, lucrîndu-se cu filtrul albastru. Se citește pe curbă concentrația în bioxid de titan.

**Trasarea curbei de etalonare.** Se cîntăresc la balanța analitică (într-un creuzet), 0,6 g bioxid de titan chimic pur și se dezagregă cu 4—5 g sulfat de amoniu și apoi cu 150 $cm^3$ acid sulfuric, prin

încălzire la flacără pe o sită de azbest. Durata dezagregării este condiționată de dizolvarea completă a bioxidului de titan. După răcire, conținutul se trece într-un balon cotat de 1 000 $cm^3$ și se aduce cu apă distilată la semn.

Din această soluție se iau cu o microbiuretă cîte 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 ... 5 $cm^3$ și se introduc într-un balon cotat de 100 $cm^3$. Se adaugă în fiecare balon cîte 2 $cm^3$ apă oxigenată și se aduce la semn cu apă distilată. Etaloanele astfel obținute se colorimetrează. Colorimetrarea se începe cu soluția etalon, cu concentrația maximă (5 $cm^3$) introdusă în cuva din dreapta, în cea din stinga menținîndu-se permanent apă distilată. Se lucrează cu filtru albastru, citindu-se extincțiile pentru toate soluțiile etalon. Cu valorile obținute se trasează o curbă, înscriind pe abscisă conținutul de bioxid de titan din fiecare soluție etalon (în $mg/cm^3$) și pe ordonată extincțiile corespunzătoare citite la colorimetrare.

Conținutul de bioxid de titan se calculează cu relația:

$$\text{Bioxid de titan } (TiO_2) = \frac{10\,c}{m}\ [\%],$$

în care:

$c$ — conținutul de bioxid de titan citit pe curbă, în $mg/cm^3$;

$m$ — masa fibrelor luate pentru determinare, în g.

*Aparatură:* fotometru sau spectrofotometru; creuzet de platină; cuptor de calcinare cu temperatură termoreglabilă.

*Reactivi:* bioxid de titan c.p.; sulfat de amoniu cristalizat; acid sulfuric ($\rho$=1,84); apă oxigenată 30%.

## 2.6. **Determinarea gradului de alb**

Pentru determinarea gradului de alb al fibrelor obținute prin procedee chimice se utilizează spectrofotometre cu monocromator cu prismă sau filtre interferențiale, cu sau fără integrator. Dintre fotometrele cu 3 filtre tristimulus se menționează aparatul Elrepho, care permite calculul componentelor tricromatice simplu și rapid. Transmisia celor 3 filtre, numite filtre tristimulus, este astfel calculată încît să corespundă uneia din cele 3 curbe de sensibilitate a ochiului $X$, $\overline{Y}$, $\overline{Z}$. Pentru a se ajunge la componentele tricromatice $X$, $Y$, $Z$, sînt necesare formule de corecție prin care se trece de la $R_x$, $R_y$, $R_z$ (valorile furnizate de aparat) la $X$, $Y$, $Z$. Aceste condiții sînt necesare din următorul motiv: etalonarea aparatului se face folosind ca standard de bază MgO a cărui valoare este fixată pentru cele 3 filtre, la 100.



Scanned with OKEN Scanner

Cînd albul standardului, ale cărui diferențe față de albul ideal se neglijează, posedă pentru diferite surse, componente tricromatice diferite de 100.

În afara filtrelor tristimulus, aparatul Elrepho este dotat și cu 7 filtre de bandă spectrală, avînd două tipuri de surse: lampă cu

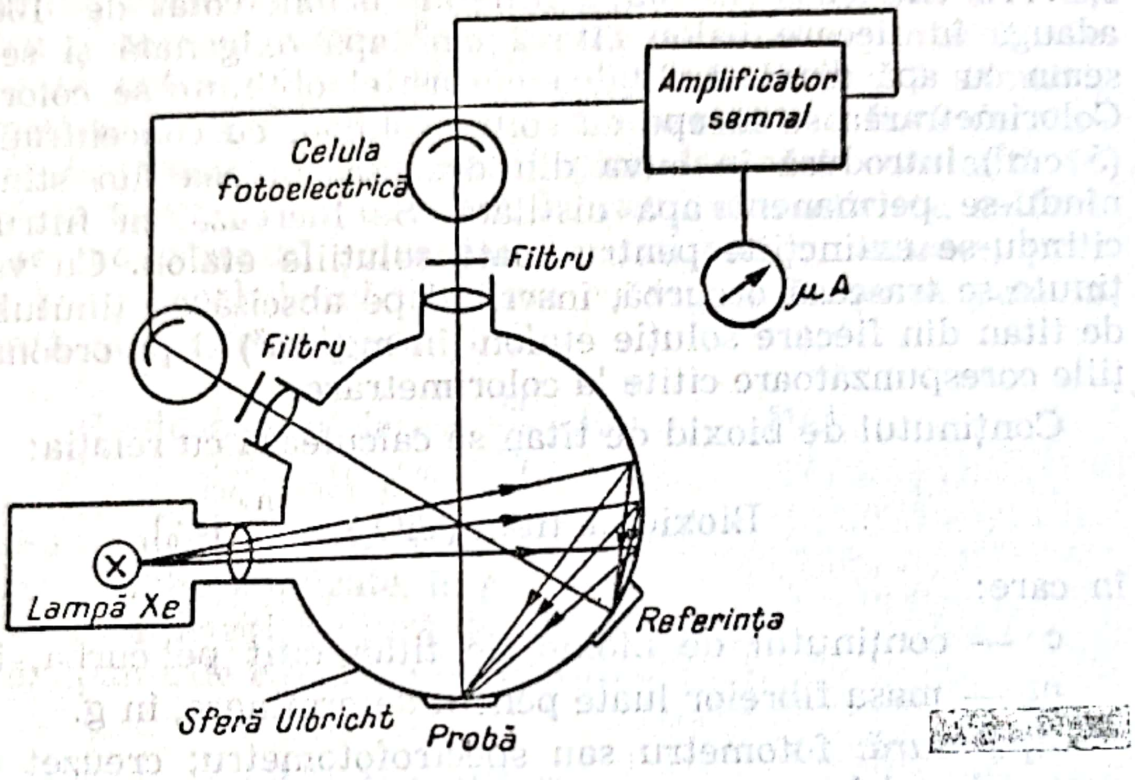



Fig. 5. Schema bloc a aparatului Elrepho.

incandescență și lampă cu Xenon. Măsurarea se face cu sferă fotometrică $d°/0°$. Detectorul constă din 2 celule fotoelectrice. Schema bloc a aparatului Elrepho este dată în figura 5.

Principiul de funcționare este: cînd fascicolul de referință și cel reflectat pe probă sînt egale, atunci semnalul rezultat este zero. Cînd semnalul rezultat este diferit de zero, acesta este amplificat și ajunge apoi la instrumentul de măsură, care este un microampermetru. Valorile $R_x$, $R_y$, $R_z$ se citesc pe un tambur de măsurare ce deplasează o diafragmă aflată în drumul fascicolului de referință. Prin varierea deschiderii diafragmei se schimbă intensitatea fascicolului de referință, pînă cînd ajunge egală cu cea a fascicolului reflectant de probă, situație în care acul microampermetrului este la zero.

Pentru determinarea gradului de alb pe aparatul Elrepho se aplică formula lui Berger:

$$W = \frac{R_y}{3} + R_z - R_y.$$



Scanned with OKEN Scanner

Capitolul III

# Analiză chimică cantitativă a amestecurilor binare şi ternare de fibre

Utilizarea amestecurilor de fibre la producerea diferitelor articole sub formă de ţesături sau tricoturi a pus problema separării cantitative a componentelor. Această operaţie este cu atît mai necesară cu cît în industria textilă se reintroduc în circuit o parte din fibrele obţinute prin folosirea deşeurilor.

Determinarea cantitativă a constituienţilor unui amestec de fibre este impusă de necesitatea cunoaşterii repartizării fibrelor în fir, păstrarea compoziţiei amestecului pe parcursul procesului tehnologic, pierderea nerațională a unui anumit tip de fibră, detectarea degradărilor, provenienţa diferitelor defecte care apar în finisare. Metodele de analiză chimică cantitativă a amestecurilor binare şi ternare de fibre au drept scop stabilirea criteriilor specifice pentru determinarea calităţii produselor textile, să dea soluţii care pot fi utilizate în domeniul expertizei, în controlul curent al fabricaţiei şi îndeosebi îmbunătăţirea substanţială a conţinutului şi nivelelor standardelor de calitate. Tehnicile de măsurare prezentate permit crearea unei metodologii unice de evaluare a calităţii produselor textile, de introducere a mărcilor de calitate, creşterea competitivităţii produselor indigene la export.

În cazurile de analiză a unei mostre de ţesătură sau tricot, pentru a fi reprodusă ulterior, datele cantitative ale amestecului sînt absolut necesare.

Pentru analiza cantitativă a amestecurilor de fibre, fire, ţesături, tricoturi, se efectuează:

— determinarea calitativă a componentelor amestecului de fibre, prin metodele indicate în capitolul precedent şi îndeosebi prin analiza la microscop;

— prepararea eşantioanelor reduse, de laborator şi a probelor pentru analize chimice;

— îndepărtarea materialelor nefibroase însoţitoare naturale şi a celor provenite din procesul tehnologic;



Scanned with OKEN Scanner

— separarea cantitativă propriu-zisă;
— calculul și exprimarea rezultatelor.

În practica de laborator, obișnuită este necesar ca alegerea metodei să se facă după principiul randamentului maxim obținut la un preț de cost redus și în timp util pentru producție, astfel ca metoda de analiză găsită să permită obținerea informației cerute, iar această informație să fie corectă și să poată fi folosită în mod eficace de cei ce o solicită.

## 1. Prepararea eșantioanelor, reduse, de laborator și a probelor pentru analiza chimică cantitativă a fibrelor

Prepararea eșantioanelor, reduse, de laborator, pentru analiza chimică cantitativă a materialelor textile prezintă importanță întrucît trebuie să reprezinte proporția de fibre din lot, variabilitatea acestei proporții. Pentru aceasta este necesar să se facă unele precizări și anume:

— lotul — este cantitatea de material textil definit în baza unor serii de caracteristici estimate;

— eșantionul de laborator — este partea astfel prelevată dintr-un lot, care să fie reprezentativă;

— eșantionul, redus, de laborator — este partea dintr-un eșantion de laborator din care epruvetele sînt prelevate pentru a fi încercate;

— epruveta — este cantitatea de material fibros reunit pentru a da un rezultat reprezentativ al determinării individuale.

În principiu, eșantionul, redus, de laborator este astfel prelevat încît să reprezinte eșantionul de laborator.

Epruvetele sînt prelevate din eșantionul redus de laborator, astfel încît fiecare din ele să reprezinte eșantionul redus de laborator.

Eșantionarea fibrelor în vrac, în cazul eșantioanelor de laborator compuse din mai puțin de 5 kg fibre, se întind într-un strat plan. Eșantionul redus de laborator se prepară prin prelevarea la întîmplare a minimum 100 extrageri, fiecare avînd o masă suficientă pentru a da un eșantion redus de laborator de dimensiuni apropiate.

Dacă eșantionul de laborator are o masă mai mare de 5 kg, acesta se împarte în părți egale și din fiecare parte se prelevează un număr egal de extrageri de masă suficientă, de așa manieră încît numărul total de extrageri să nu depășească 100.

În cazul vălului de carde, pală pieptănată, se alege la întîmplare eșantionul de laborator, se taie în cel puțin 10 secțiuni transversale,



Scanned with OKEN Scanner

fiecare avînd o masă de cca 1,0 g. Se reunesc secțiunile transversale după ce s-a luat din fiecare cîte o porțiune de 10 cm lungime.

În cazul firelor sub formă de bobine sau sculuri, cînd numărul de spire nu depășește 25 se utilizează în întregime ca eșantion de laborator. Dacă numărul de spire este mai mare de 25, se prelevează la întîmlpare 25 de spire.

Dacă masa lineară a firului exprimată în tex este $t$ și numărul de spire prelevat din eșantionul de laborator este $n$, lungimea firului prelevat pentru fiecare spiră, în vederea obținerii eșantionului redus de laborator (de 10 g) va fi dată de relația:

$$\frac{10^6}{nt} \text{ [cm]}.$$

Dacă valoarea lui $nt$ este mai ridicată (d.e. superior lui 2 000) se taie firele de pe cops, astfel încît să formeze fascicule de fire de masă convenabilă. Se prelevează epruvete de masă convenabilă, din eșantionul redus de laborator, tăind fascicule de fire de lungime egală.

În cazul firelor urzite se prelevează eșantionul redus de laborator tăind o porțiune de 20 cm lungime, care să cuprindă toate firele urzite, cu excepția firelor urzite de la margine, care se aruncă. Dacă eșantionul redus este prea mare se împarte în două sau mai multe părți. Epruveta se prelevează tăind o lungime reprezentativă din eșantionul redus de laborator.

Pentru o urzeală cu $N$ fire de tex, lungimea unei epruvete de 1 g este dată de relația:

$$\frac{10^5}{Nt} \text{ [cm]}.$$

În cazul țesăturilor, eșantionul de laborator este constituit dintr-un cupon de 1 m lungime. Pentru aceasta se detașează o porțiune de țesătură pe toată diagonala și se elimină liziera.

Pentru un eșantion redus de laborator de $Xg$, suprafața probei va fi dată de relația:

$$\frac{X \cdot 10^4}{M} \text{ [cm}^2\text{]},$$

în care: $M$ este masa țesăturii, în g/m$^2$.

Această suprafață, împărțită pe lungimea diagonalei, dă lățimea bandei, exprimată în cm. Apoi se taie în sens invers de-alungul lungimii în patru părți egale și se suprapun una peste alta. Se prelevează epruvetele tăind în sens invers toate straturile, astfel încît o epruvetă să cuprindă o lungime egală cu fiecare strat. În cazul eșantioanelor de laborator constituite din cupoane mai mari de 1 m lungime se prelevează din fiecare extremitate a cuponului o bandă,



Scanned with OKEN Scanner

care să nu depășească 1 m lungime. Se decupează fiecare bandă în două părți egale, printr-o tăietură paralelă cu sensul urzelii și se repereză printr-un marcaj, partea dreaptă și partea stîngă. Se suprapune jumătatea dreaptă peste cealaltă jumătate, stîngă, iar părțile decupate se pun cap la cap. După ce s-a îndepărtat liziera, se decupează o bandă pe diagonală de la un capăt la celălalt a țesăturii. Se procedează în continuare cum s-a indicat mai sus considerînd cele două benzi diagonale echivalente cu o bandă diagonală unică.

## 2. Îndepărtarea materialelor nefibroase prealabile analizei cantitative a amestecurilor de fibre

În practica curentă, fibrele, firele și țesăturile sînt tratate cu diverse produse chimice ajutătoare în scopul ușurării unor operații de fabricație sau de a modifica proprietățile articolului finit. Aceasta are drept consecință mărirea masei și adesea modificarea solubilității fibrelor.

Fibrele mai conțin unele substanțe însoțitoare naturale, care nu sînt îndepărtate total pe parcursul proceselor tehnologice. Eliminarea materialelor nefibroase naturale sau provenite din procesul tehnologic solicită metode chimice de îndepărtare care să nu influențeze starea chimică și fizică a materialelor fibroase analizate.

Eliminarea unor tipuri de substanțe nefibroase, care se găsesc de obicei pe fibre, reclamă cunoașterea naturii fibrelor cît și a materialelor nefibroase însoțitoare. Eliminarea materialelor nefibroase nu trebuie să modifice analiza cantitativă a amestecurilor de fibre, nu trebuie să degradeze fibrele.

**Tehnica de lucru**

*Uleiurile, grăsimile și cerurile.* Acestea se elimină prin extragerea eșantionului la aparatul Soxhlet cu eter de petrol (punct de distilare 40°C—80°C) timp de o oră, cu un ciclu de 6 sifonări pe oră.

*Uleiurile de impregnare.* Uleiurile de impregnare se elimină prin extragerea eșantionului într-un aparat Soxhlet cu un amestec de 1 vol. toluen și 3 vol. alcool metilic timp de 2 ore, cu minimum 6 sifonări pe oră.

*Amidonul,* se introduce proba de analizat într-o soluție proaspăt preparată, care conține 0,1% agent de înmuiere neionogen și amilază la un raport de flotă 1 : 100. Concentrația preparatului de amilază, *p*H-ul, temperatura și timpul de tratare vor fi în funcție de



Scanned with OKEN Scanner

natura produsului enzimatic. Pentru aceasta proba de analizat se introduce în apa adusă la fierbere și se menține la fierbere timp de 15 minute. Eliminarea completă a amidonului se verifică utilizînd o soluție apoasă diluată de iod, în iodură de potasiu. Cînd amidonul este complet eliminat, se spală proba în continuare cu apă și se usucă.

*Ancolaje acrilice.* Proba de analizat se tratează timp de 30 minute cu o soluție care conține 2 g/l săpun, 2 g/l hidroxid de sodiu la temperatura de 70°C—75°C. Se spală de 3 ori cu apă distilată la temperatura de 85° timp de 5 minute, se centrifughează și se usucă la aer.

*Gelatina și alcoolul polivinilic.* Proba de analizat se introduce într-o soluție care conține:

— 1 g/l produs neionogen;
— 1 g/l produs anionactiv;
— 1 g/l carbonat de sodiu anhidru.

Proba se menține în această soluție timp de 90 minute la temperatura de 50°C apoi timp de 90 minute în aceeași baie la temperatura de 70°C—75°C. Se spală proba cu apă distilată, se usucă la aer.

*Amidon și alcool polivinilic.* Eșantionul se introduce într-o soluție proaspăt preparată care conține 0,1% agent de înmuiere neionogen și un preparat de amilază, la un raport de flotă de 1 : 100.

Concentrația preparatului de amilază, *p*H-ul, temperatură și timpul de tratare vor fi cele specifice produsului respectiv utilizat. Se trece eșantionul în apă la, fierbere și se menține timp de 15 minute. Se verifică îndepărtarea amidonului cu soluție de iod-iodură de potasiu. Se spală cu apă distilată, se centrifughează și se usucă la aer. Proba se tratează în continuare cu o soluție (care conține: 1 g/l produs neionogen, 1 g/l produs anionic și 1 g/l carbonat de sodiu anhidru) timp de 90 minute la temperatura de 50°C. Se continuă tratamentul la temperatura de 70—75°C timp de 90 minute. Se spală proba cu apă distilată, se centrifughează și se usucă.

*Acetat polivinilic.* Proba de analizat se extrage cu acetonă într-un aparat Soxhlet, cel puțin 3 ore, cu minimum 6 sifonări pe oră.

*Ancolaje pe bază de ulei de in.* Proba de analizat se extrage cu eter de petrol într-un aparat Soxhlet timp de 2 ore, cu minimum 6 sifonări pe oră. Proba se usucă la aer și se tratează în continuare cu o soluție (1 g/l produs neionogen, 1 g/l produs anionactiv, 1 g/l carbonat de sodiu) la un raport de flotă 1 : 100, timp de 90 minute, la temperatura de 50°C În continuare, se ridică temperatura soluției la 70—75°C și se menține proba timp de 90 minute la această temperatură. Se spală cu apă distilată și se usucă la aer.



Scanned with OKEN Scanner

*Rășini amino-formaldehidice.* Proba de analizat se tratează cu o soluție care conține 25 g/l acid ortofosforic 50% și 50 g/l uree, la temperatura de 80°C, timp de 10 minute, la un raport de flotă 1 : 100. Proba se spală cu apă distilată, apoi cu o soluție de bicarbonat de sodiu 0,1% și din nou cu apă distilată.

*Bitum, creozot, și gudron.* Proba de analizat se extrage cu clorură de metilen într-un aparat Soxhlet. Durata tratamentului depinde de cantitatea de material nefibros existent și uneori, se poate să se reînoiască solventul. Extragerea iutei cu clorură de metilen va elimina și produsele de uleiere, care pot fi prezente în proporție de cca 5%.

*Eteri de celuloză.*

1. *Celuloză metilată solubilă în apă.* Proba de analizat se tratează cu apă distilată timp de 3 ore, la temperatura de (20±2)°C. Se spală cu apă distilată rece și se agită energic. Se centrifughează, se usucă la aer.

2. *Eteri de celuloză insolubili în apă, dar solubili în mediu alcalin.* Proba de analizat se tratează timp de 30 minute cu o soluție care conține 175 g/l hidroxid de sodiu la temperatura de (7±2)°C. Se agită, se tratează cu o nouă cantitate de soluție alcalină, se spală cu apă distilată, se neutralizează cu o soluție de acid acetic *n*/10, se spală din nou cu apă distilată, se centrifughează și se usucă la aer.

*Nitrat de celuloză.* Proba de analizat se tratează cu acetonă la temperatura de (20±1)°C, timp de o oră, la un raport de flotă de 1 : 100. Se spală apoi proba de trei ori cu acetonă și se usucă la aer.

*Policlorură de vinil.* Proba de analizat se tratează cu tetrahidrofuran timp de o oră, la temperatura de 18°C, la un raport de flotă 1 : 100. Se spală apoi de trei ori cu tetrahidrofuran, se evaporă solventul.

*Oleați.* Proba de analizat se tratează cu acid clorhidric *N*/5, la temperatura de (20±2)°C, timp de o oră. Se spală cu apă distilată și se usucă la aer. Proba se extrage în continuare cu clorură de metilen într-un aparat Soxhlet timp de 1½ ore, cu minimum 6 sifonări pe oră.

*Oxizi de crom, fier și cupru.* Proba de analizat se tratează cu o soluție care conține 14 g/l acid oxalic, la temperatura de 80°C, timp de 15 minute, la un raport de flotă 1 : 100. Se spală cu grijă; dacă cuprul este prezent el rămîne sub formă de oxalat de cupru incolor, care se elimină prin tratarea probei cu acid acetic 1%, la temperatura de 40°C, timp de 15 minute. Se spală proba cu apă distilată,



Scanned with OKEN Scanner

se neutralizează cu amoniac și din nou se spală cu apă distilată. Se centrifughează proba și se usucă la aer.

*Laurat de pentaclorfenol.* Proba de analizat se extrage într-un apart Soxhlet cu toluen timp de 4 ore, cu minimum 6 sifonări pe oră.

*Polietilenă.* Proba de analizat se extrage cu toluen la fierbere, sub reflux. Materialul, în timpul extracției, trebuie să fie acoperit cu soluție de toluen, la fierbere.

*Poliuretani.* Unele produse poliuretanice pot fi eliminate prin dizolvare în dimetilsulfoxid sau clorură de metilen și spălări ulterioare, repetate, cu noi cantități de solvent. Cînd compoziția fibroasă a probei permite, unele produse poliuretanice pot fi eliminate prin hidroliză tratînd proba la fierbere cu o soluție apoasă de hidroxid de sodiu (50 g/l) sau cu o soluție apoasă care conține 50 g/l hidroxid de sodiu și 100 g/l alcool etilic. Proba se tratează cu această soluție la temperatura de (55±5)°C.

*Cauciuc natural, butadien-stiren, neopren, nitril și alte cauciucuri sintetice.* Îndepărtarea stratului de cauciucuri naturale sau sintetice se poate face și mecanic precedată de o ușoară gonflare care se efectuează prin introducerea probei într-un solvent volatil (benzen) care îl gonflează considerabil și cînd este complet înmuiat se elimină cauciucul prin raclare. În unele cazuri, cînd fibrele textile sînt vizibile, numai partea textilă se umezește și se îndepărtează cauciucul de pe materialul textil imediat. Se continuă încălzirea probei agitînd continuu cu p-diclorbenzen (1 : 50). Pentru aceasta proba se introduce într-un balon cu fund plat la care se adaptează un refrigerent cu aer și se menține pe un agitator magnetic cu placă de încălzire. După 45 minute se adaugă o parte de hidroxiperoxid de terț butil, la 4 părți de *p*-diclorbenzen. Se tratează la fierbere pînă ce descompunerea cauciucului este completă (cca 2 ore). Se răcește balonul la temperatura de 60°C și se adaugă un volum egal de benzen, cald. Pentru cauciucul nitril (d.e. cauciucul acrilonitril-butadien) este necesar să se adauge la hidroxiperoxid de terț butil un volum egal de nitrobenzen pentru accelerarea dizolvării.

Cauciucul natural trebuie să fie dizolvat timp de mai multe ore în *p*-diclorbenzen în prezența aerului. Dizolvarea poate fi deasemeni efectuată tratînd proba cu difenil eter la temperatura de 150—160°C timp de 2 ore și spălare cu benzen.

*Produse siliconice.* Proba de analizat se tratează cu o soluție ce conține 60 ml/l acid fluorhidric 40% într-un vas de polietilenă și se menține la temperatura de 65°C timp de 45 minute. Se spală, se neutralizează cu o soluție ce conține 2 g/l săpun la temperatura de 60°C timp de o oră.



Scanned with OKEN Scanner

*Tabelul 6*

**Tehnici de lucru utilizate pentru eliminarea produselor nefibroase în funcție de amestecurile de fibre**

| Produse nefibroase | Tehnica de lucru | Natura fibrelor | |
|---|---|---|---|
| | | Aplicabile | Neaplicabile |
| Uleiuri, grăsimi, ceruri | 2.1. | Majoritatea fibrelor | Elastomeri |
| Uleiuri de impregnare | 2.2. | Mătase | |
| Amidon | 2.3. | Bumbac (nota 1) Viscoză, mătase iută (nota 3) în (nota 2) | |
| Ancolaje acrilice | 2.4. | Majoritatea fibrelor (nota 4) | Fibre proteice celuloză acetat |
| Gelatină+alcool polivinilic | 2.5. | Majoritatea fibrelor; Acetat de celuloză; Poliester | Fibre proteice |
| Amidon și alcool polivinilic | 2.6. | Bumbac, poliester | Fibre proteice, acetați de celuloză |
| Acetat polivinilic | 2.7. | Majoritatea fibrelor | Acetați de celuloză |
| Ancolaje pe bază de ulei din sămînță de in | 2.8. | | Fibre proteice, acetați de celuloză |
| Rășini amino-formaldehidice | 2.9. | Celuloză, Poliester, Poliamidă | Azbest |
| Bitum, creozot și gudron | 2.10. | Majoritatea fibrelor | Acetați de celuloză, modacrilice |
| Eteri celulozici solubili în apă | 2.11. | Fibre celulozice | |
| Eteri celulozici insolubili în apă | 2.11.2. | Bumbac | Viscoză |
| Nitrat de celuloză | 2.12. | Majoritatea fibrelor | Acetați de celuloză |
| Clorură de polivinil | 2.13. | Majoritatea fibrelor | Acetați de celuloză |
| Oleați | 2.14. | Fibre celulozice, poliamidă, mătase | Acetați de celuloză, modacrilice, azbest |
| Oxizii de cupru, crom și fier | 2.15. | Fibre celulozice | |
| Laurat pentaclorfenol | 2.16. | Majoritatea fibrelor | |
| Polietilenă | 2.17. | Majoritatea fibrelor | |
| Poliuretani | 2.18. | Poliamidă | Poliester, acetați, de celuloză |
| Cauciucuri, nitril, neopren, stireni, butadieni naturali | 2.19. | Majoritatea fibrelor celulozice | Toate fibrele sintetice |
| Siliconi | 2.20. | Majoritatea fibrelor | |
| Produse de îngreunare etenice | 2.21. | Mătase | |
| Finisare hidrofugă | 2.22. | Bumbac, proteine, poliamide | Acetați de celuloză |

*Nota 1* — bumbacul crud pierde din masă prin tratare cu această metodă. Pierderea de masă este de aproximativ 3% din masa complet uscată.

*Nota 2* — inul pierde din masă cînd este tratat cu această metodă. Pierderea este următoarea: fire albite 2%, fire fierte 3%, fire crude 4%.

*Nota 3* — prin tratare cu această metodă iuta pierde aproximativ 0,5% din masa sa.

*Nota 4* — poliamida 6.6 poate pierde din masa substanțelor fibroase cca 1% prin tratare cu această metodă. Pierderea de masă la nylon 6 poate varia între 1—3%



Scanned with OKEN Scanner

*Produse de îngreunare etenice.* Proba de analizat se introduce într-un recipient de polietilenă ce conține acid fluorhidric *N*/2 și se menține la temperatura de 55°C timp de 20 minute agitînd continuu. Se spală cu apă distilată caldă. Apoi se introduce proba într-o soluție de carbonat de sodiu 2% unde se menține timp de 20 minute la temperatura de 55°C. Se spală proba cu apă caldă, se centrifughează și se usucă la aer.

*Apreturi hidrofuge pe bază de ceară.* Se extrage proba de analizat într-un aparat Soxhlet cu clorură de metilen timp de 4 ore, cu 6 sifonări pe oră. Pentru eliminarea complecșilor metalici dacă există, proba se tratează cu o soluție care conține 10 g/l acid formic și 5 g/l agent activ la temperatura de 80°C timp de 15 minute. Se spală proba cu grijă, cu apă pentru îndepărtarea completă a urmelor de acid.

Tehnica de lucru pentru eliminarea diferitelor tipuri de materiale nefibroase care se găsesc pe fibre sînt date în tabelul 6. În acest tabel sînt prezentate metodele aplicabile pentru diferitele tipuri de fibre cît și pierderile suferite de unele fibre în timpul acestor tratamente.

## 3. Calculul și exprimarea rezultatelor

Separarea fibrelor din amestecuri binare sau ternare se bazează pe dizolvarea selectivă a fibrelor, care constituie amestecul, urmată de o spălare riguroasă (pentru îndepărtarea totală a produselor de dizolvare), de uscare pînă la masă constantă și recîntărirea fibrei insolubile. În practică nu există fibre total insolubile în solvenții cu care se îndepărtează cealaltă componentă a amestecului, iar masa fibrelor insolubile obținută ca reziduu este mai redusă decît masa ei inițială, reală. Această masă este necesar să se corecteze cu un factor, care reprezintă solubilitatea fibrei în solvent. Factorii de corecție se determină în prealabil la fibre în stare curată, puse în contact în condițiile de lucru cu solventul respectiv.

Din numeroasele variante posibile, se aleg acele metode de analiză pentru care factorii de corecție au valori reduse, în general sub 2%.

Pentru a se obține factorul de corecție, este necesar să se calculeze eroarea absolută și eroarea relativă (tabelul 7).

Scanned with OKEN Scanner

*Tabelul 7*

**Exemplu de calcul al factorului de corecție**

| Componentă % | | Diferența raportată % | |
|---|---|---|---|
| Real | Găsit | La amestec = 100% Eroare absolută | La proporția inițială a componentei insolubile. Eroare relativă |
| 100% | 98% | 2,0% | 2% |
| 80% | 78,4% | 1,6% | 2% |
| 60% | 58,8% | 1,2% | 2% |
| 40% | 39,2% | 0,8% | 2% |
| 20% | 19,6% | 0,4% | 2% |
| | | | Media 2 |

Factorul se calculează prin pierderea procentuală cu formula:

$$F=1+\frac{L}{100},$$

în care:

L este media erorilor relative obținute, deci:

$$F=1+\frac{2}{100}=\frac{102}{100}=1{,}02.$$

Exprimarea masei constituentului insolubil, în procente din masa totală a fibrelor din amestec, se poate face calculînd rezultatul în baza masei pure și deshidratate, în baza masei pure deshidratate, prin aplicarea greutății umidității sau în baza masei pure deshidratate prin aplicarea greutății umidității, greutății materialelor fibroase eliminate (după pretratament) sau greutatea materialelor nefibroase. Procentul componentei solubile se obține prin diferență.

*Metoda bazată pe masa pură și deshidratată*

$$A_1=\frac{100\cdot m_1\cdot K}{m_0},$$

în care:

$A_1$ este procentul constituientului insolubil pur și deshidratat;
$m_o$ — masa deshidratată a probei analizate, în g;
$m_1$ — masa deshidratată a reziduului, în g;
$K$ — factor de corecție pentru variația masei constituientului insolubil în cursul tratamentului cu diferiți reactivi.

Valorile recomandate pentru $K$ sînt date la tehnicile de lucru descrise pentru diferitele amestecuri binare și ternare de fibre.

*Metoda bazată pe masa pură, deshidratată majorată prin aplicarea greutății umidității*

$$A_2=\frac{100P\,(1+0{,}01a_2)}{P\,(1+0{,}01a_2)+(100-P)\cdot(1+0{,}01a_1)}.$$

*în care:*

$A_2$ este procentul de constituient insolubil pur și deshidratat majorat prin aplicarea greutății umidității;



Scanned with OKEN Scanner

$P$ — procentul constituientului insolubil pur și deshidratat;
$a_1$ — greutatea umidității componentei solubile;
$a_2$ — greutatea umidității componentei insolubile.

*Metoda bazată pe masa pură și deshidratată majorată prin aplicarea greutății umidității*

a. greutatea materialelor fibroase eliminate, după pretratament;
b. greutatea materialelor nefibroase.

$$A_3 = \frac{100P\,[1+0{,}01\,(a_2+b_2)]}{P\,[1+0{,}01\,(a_2+b_2)]+(100-P)\,[1+0{,}01\,(a_1+b_1)]},$$

*în care:*

$A_3$ este procentul de constituient insolubil din amestec, majorat prin aplicarea greutății umidității și greutății materialelor nefibroase;
$P$ — procentul de constituient insolubil pur și deshidratat;
$a_1$ — greutatea umidității constituientului solubil;
$a_2$ — greutatea umidității constituientului insolubil;
$b_1$ — greutatea pierderii materialelor fibroase solubile prin pretratament sau greutatea materialelor nefibroase din constituientul solubil.
$b_2$ — greutatea pierderii materialelor fibroase insolubile, cauzate de pretratament sau greutatea materialelor nefibroase din constituentul insolubil.

Procentul celui de al doilea constituent ($B$, %) este egal cu ($100-A_3$), %.

În cazul utilizării unui pretratament special, valorile lui $b_1$ și $b_2$ trebuie să fie determinate, supunînd fiecare constituent — fibră pură la pretratamentul aplicat pentru analize.

În cazul amestecurilor ternare de fibre exprimarea masei fiecărui component sub formă procentuală din masa totală de fibre prezente în amestec se calculează în baza masei fibrelor pure deshidratate, cărora li se aplică, pe de o parte greutatea umidității și pe de altă parte, factori de corecție pentru pierderile de masă pe parcursul operațiilor de pretratament.

Pentru calculul procentelor de masă a fibrelor pure și deshidratate, ținînd cont de pierderile de masă ale fibrelor din timpul operațiilor de pretratament, se aplică variantele:



Scanned with OKEN Scanner

**Varianta I**

Relațiile se aplică în cazul cînd un component al amestecului este eliminat dintr-o probă de încercare și un alt component din a doua probă de încercare.

$$A_1=\left[\frac{d_2}{d_1}\,d_2\times\frac{r_1}{m_1}+\frac{r_2}{m_2}\times\left(1-\frac{d_2}{d_1}\right)\right]\times 100;$$

$$A_2=\left[\frac{d_4}{d_3}\,d_4\times\frac{r_2}{m_1}+\frac{r_1}{m_1}\times\left(1-\frac{d_4}{d_3}\right)\right]\times 100;$$

$$A_3=100-(P_1+P_2),$$

în care:

$A_1$ este procentul din primul component deshidratat și pur (componenta dizolvată din prima probă de încercare cu primul reactiv);

$A_2$ — procentul din al doilea component deshidratat și pur) componenta dizolvată din a doua probă de încercare cu al doilea reactiv;

$A_3$ — procentul din al treilea component, deshidratat și pur (component nedizolvat în a doua probă de încercare);

$m_1$ — masa primei probe de încercare deshidratate după pretratament;

$m_2$ — masa celei de a doua probe de încercare deshidratate după pretratament;

$r_1$ — masa reziduului deshidratat după eliminarea celui de al doilea component din a doua probă de încercare în al doilea reactiv;

$d_1$ — factor de corecție care reprezintă pierderea de masă, cu primul reactiv, din al doilea component insolubil din prima probă de încercare;

$d_2$ — factor de corecție care reprezintă pierderea de masă cu primul reactiv, al celui de al treilea component insolubil din proma probă de încercare;

$d_3$ — factor de corecție care prezintă pierderea de masă cu al doilea reactiv din primul component insolubil din a doua probă de încercare;

$d_4$ — factor de corecție care prezintă pierderea de masă cu al doilea reactiv al celui de al treilea component insolubil din a doua probă de încercare.



Scanned with OKEN Scanner

**Varianta II**

Relațiile se aplică în cazul cînd componenta *(a)* este eliminată din proba de încercare avînd ca reziduu două componente *(b+c)* și două componente *(a+b)* din a doua probă de încercare:

$$A_1 = 100 - (A_2 + A_3);$$

$$A_2 = 100 \times \frac{d_1 r_1}{m_1} - \frac{d_1}{d_2} \times A_3;$$

$$A_3 = \frac{d_4 r_2}{m_2} \times 100,$$

în care:

$A_1$ este procentul primului component deshidratat pur (componente primei probe de încercare solubilă în primul reactiv);

$A_2$ — procentul celui de al doilea component deshidratat și pur (componentă solubilă în același timp cu prima componentă din a doua probă de încercare în al doilea reactiv);

$A_3$ — procentul celei de a treia componente deshidratate pure (componentă insolubilă în cele două probe de încercare);

$m_1$ — masa primei probe de încercare deshidratate după pretratament;

$m_2$ — masa celei de a doua probe de încercare deshidratate după pretratament;

$r_1$ — masa reziduului deshidratat după eliminarea primului component din prima probă de încercare în primul reactiv;

$r_2$ — masa reziduului deshidratat după eliminarea primului și celui de al doilea component din a doua probă de încercare în al doilea reactiv;

$d_1$ — factor de corecție pentru pierderea de masă cu primul reactiv al celei de a doua componente insolubile în prima probă de încercare;

$d_2$ — factor de corecție pentru pierderea de masă prin tratare cu primul reactiv al celei de a treia componente insolubile din prima probă de încercare;

$d_4$ — factor de corecție pentru pierderea de masă prin tratare cu al doilea reactiv, al celei de a treia componente insolubile din a doua probă de încercare.

**Varianta III**

Relațiile se aplică în cazul cînd cele două componente *(a+b)* sînt eliminate dintr-o probă de încercare, avînd ca reziduu a treia com-



Scanned with OKEN Scanner

ponentă *(c)* și două componente *(b+c)* din altă probă de încercare, avînd ca reziduu prima componentă *(a)*:

$$A_1 = \frac{d_3 r_2}{m_2} \times 100;$$

$$A_2 = 100 - (P_1 + P_3);$$

$$A_3 = \frac{d_2 r_1}{m_1} \times 100,$$

în care:

$A_1$ este procentul primei componente deshidratată și pură (componenta solubilă din prima probă de încercare cu primul reactiv);

$A_2$ — procentul celei de a doua componente deshidratate și pure (componenta solubilă din prima probă de încercare cu al doilea reactiv);

$A_3$ — procentul celei de a treia componente deshidratată și pură (componenta solubilă din a doua probă de încercare cu al doilea reactiv);

$m_1$ — masa primei probe de încercare deshidratată după pretratament;

$m_2$ — masa celei de a doua probe de încercare deshidratate după pretratament;

$r_1$ — masa reziduului deshidratat după eliminarea primului și celui de al doilea component din prima probă de încercare în primul reactiv;

$r_2$ — masa reziduului deshidratat după eliminarea celui de al doilea și al treilea component din a doua probă de încercare, în al doilea reactiv;

$d_2$ — factor de corecție care reprezintă pierderea de masă în primul reactiv, al celui de al treilea component insolubil în prima probă de încercare;

$d_3$ — factor de corecție care reprezintă pierderea de masă în al doilea reactiv, al primei componente insolubile din a doua probă de încercare.

**Varianta IV**

Relațiile se aplică în cazul cînd se elimină succesiv cîte două componente din amestec pe aceeași probă de încercare:

$$A_1 = 100 - (A_2 + A_3);$$



Scanned with OKEN Scanner

$$A_2 = \frac{d_1 r_1}{m} \times 100 - \frac{d_1}{d_2} \times A_3;$$

$$A_3 = \frac{d_3 r_2}{m} \times 100,$$

în care:

$A_1$ este procentul primei componente deshidratate și pură (prima componentă solubilă);

$A_2$ — procentul celei de a doua componente deshidratată și pură (a doua componentă solubilă);

$A_3$ — procentul celei de a treia componente deshidratată și pură (componenta insolubilă);

$m$ — masa probei de încercare deshidratată după pretratament;

$r_1$ — masa reziduului deshidratat după eliminarea primei componente în primul reactiv;

$r_2$ — masa reziduului deshidratat după eliminarea primei și celei de a doua componente în primul și în al doilea reactiv;

$d_1$ — factor de corecție care prezintă pierderea de masă a celei de a doua componente în primul reactiv;

$d_2$ — factor de corecție care prezintă pierderea de masă a celei de a treia componente cu primul reactiv;

$d_3$ — factor de corecție care prezintă pierderea de masă a celei de a treia componente în primul și în al doilea reactiv.

Calculul procentual al fiecărei componente, după aplicarea greutății umidității și a eventualilor factori de corecție, ținînd cont de pierderile de masă după operațiile de pretratament, se face cu relația:

$$A = 1 + \frac{a_1 + b_1}{100}; \; B = 1 + \frac{a_2 + b_2}{100}; \; C = 1 + \frac{a_3 + b_3}{100};$$

$$P_1 A = \frac{P_1 A}{P_1 A + P_2 B + P_3 C} \times 100;$$

$$P_2 A = \frac{P_2 B}{P_1 A + P_2 B + P_3 C} \times 100;$$

$$P_3 A = \frac{P_3 C}{P_1 A + P_2 B + P_3 C} \times 100;$$



Scanned with OKEN Scanner

în care:

$P_1A$ este procentul primei componente deshidratate și pure majorate cu greutatea umidității și pierderea de masă după pretratament;

$P_2A$ — procentul celei de a doua componente deshidratate și pure majorate cu greutatea umidității și pierderea de masă după pretratament;

$P_3A$ — procentul celei de a treia componente deshidratate și pure, majorate cu greutatea umidității și pierderea de masă după pretratament;

$P_1$ — procentul primei componente deshidratate obținute cu ajutorul relațiilor indicate la varianta III;

$P_2$ — procentul celei de a doua componente deshidratate obținute cu ajutorul relațiilor indicate la varianta III;

$P_3$ — procentul celei de a treia componente deshidratate obținute cu ajutorul relațiilor indicate la varianta III;

$a_1$ — greutatea umidității primei componente;

$a_2$ — greutatea umidității celei de a doua componente;

$a_3$ — greutatea umidității celei de a treia componente;

$b_1$ — procentul de pierdere de masă, după pretratament al primei componente;

$b_2$ — procentul pierderii de masă, după pretratament al celei de a doua componente;

$b_3$ — procentul pierderii de masă, după pretratament al celei de a treia componente.

**Varianta V**

Calculul și exprimarea rezultatelor în cazul separării manuale. Masa fiecărei componente sub formă procentuală din masa totală a fibrelor prezente din amestec se calculează pe baza masei fibrelor pure deshidratate, la care se aplică pe de o parte greutatea umidității și pe de altă parte, factorii de corecție necesari, care reprezintă pierderile de masă după operațiile de pretratament.

Calculul procentelor de masă a fibrelor pure deshidratate se face cu relațiile:

$$A_1 = \frac{100\,m_1}{m_1+m_2+m_3} = \frac{100}{1+\frac{m_2+m_3}{m_1}};$$

$$A_2 = \frac{100\,m_2}{m_1+m_2+m_3} = \frac{100}{1+\frac{m_1+m_3}{m_2}};$$

$$A_3 = 100-(P_1+P_2),$$



Scanned with OKEN Scanner

în care:

$A_1$ este procentul primei componente deshidratate, pure;
$A_2$ — procentul celei de a doua componente deshidratate,
$A_3$ — procentul celei de a treia componente deshidratate, pure;
$m_1$ — masa primei componente deshidratate, pure;
$m_2$ — masa celei de a doua componente deshidratate, pure;
$m_3$ — masa celei de a treia componente deshidratate, pure.

## 4. Analiza cantitativă prin procedee de sortare mecanică

Fibrele componente, care trebuie separate, se colorează cu diferite soluţii contrastante şi apoi se separă cu ochiul liber sau cu lupa. Această metodă poate fi aplicată în cazul amestecurilor de fibre care se colorează diferit cu amestecurile de coloranţi (indicaţi mai înainte pentru diferenţierea fibrelor).

De asemenea se poate utiliza sortarea mecanică la ţesăturile care au urzeală compusă dintr-un anumit fel de fibră şi bătătură din alt tip de fibră. Practic, se taie din ţesătură un pătrat cu latura de 10 cm, se condiţionează la temperatura de (105±3) °C şi se cîntăreşte. Apoi se separă urzeala de bătătură, se condiţionează din nou la temperatura de (105±3) °C, se cîntăreşte separat urzeala şi separat bătătura. Se calculează procentual cantitatea de fibră din urzeală şi cantitatea de fibră din bătătură.

## 5. Analiza cantitativă prin numărarea fibrelor la microscop

Separarea la microscop a amestecurilor binare de fibre constă în numărarea fibrelor prin metoda cu gelatină.

Printr-un alt procedeu fibrele secţionate transversal se colectează într-un pahar Erlenmeyer de 125 ml, se adaugă apă şi se agită pînă la obţinerea unei suspensii fibroase. Se iau două lamele de microscop, pe care se trasează două linii cu un creion dermatograf, la distanţă de 1 cm de la margine. Cu o pipetă se picură pe una din ele 0,5—1 ml soluţie (bine agitată) între cele două linii paralele. Cantitatea de lichid picurată este dependentă de densitatea suspensiei. Prin evaporarea lichidului rezultă formarea unui film uniform. Se colorează apoi fibrele cu colorantul Herzberg şi se acoperă cu a doua lamă. Se numără fibrele la microscopul cu masă

Scanned with OKEN Scanner

mobilă, cu ocular cu fire reticulare și cu o mărime de 200 ori. Se începe numărarea de sus în jos și în timpul mișcării lamelor se identifică, în același timp, tipul fibrei care trece prin firele reticulare. Se repetă operația și pe orizontală. Se continuă numărarea verticală și orizontală, pînă la cel puțin 1000 de fibre. În avantajul acestei metode este cantitatea mică de fibre necesare. Aceasta este totuși o metodă cu posibilități reduse de aplicare, din cauza vitezei de lucru scăzute, iar precizia metodei depinde de abilitatea analistului de a identifica diferite fibre prezente în amestec. Această metodă se utilizează atunci cînd nu există alte posibilități de separare, în deosebi la determinarea unui amestec binar de păruri animale, sau amestecuri binare de fibre liberiene.

## 6. Analiza cantitativă bazată pe separarea prin sedimentare

Această metodă se bazează pe diferența greutății specifice a fibrelor textile și constă în separarea componentelor amestecului de fibre mărunțite, aduse în suspensie într-un amestec de lichide cu densități diferite. Se aleg lichide care să nu aibă nici o influență chimică asupra fibrei și cu greutatea specifică cuprinsă între acelea a fibrelor de separat.

Diferența greutăților specifice a celor două componente de separat trebuie să fie de 0,08 g/cm³. Pentru aceasta este necesar să se cunoască greutatea specifică a fibrelor care au fost mai întîi identificate la microscop.

*Tabelul 8*

**Greutatea specifică și punctul de fierbere a lichidelor de sedimentare**

| Lichid de separare | Greutatea specifică daN/cm³ | Punct de fierbere °C |
|---|---|---|
| Alcool etilic | 0,7894 | 78,37 |
| Bromoform | 2,8904 | 149,51 |
| Benzen | 0,8789 | 80,1 |
| Eter etilic | 0,7193 | 34,6 |
| Sulfură de carbon | 1,2632 | 46,2 |
| Tetraclorură de carbon | 1,5939 | 76,7 |

Analiza cantitativă prin sedimentare, în cazul prezenței fibrelor din polimeri sintetici, trebuie executată cu mare precizie, deoarece asemenea fibre sînt dizolvate de diferiți solvenți utilizați la analiza prin sedimentare. Din această cauză se arată mai jos, lichidele de sedimentare folosite pentru amestecurile care se întîlnesc mai ales (tabelele 8, 9) (amestecurile binare se formează din fibrele așezate pe orizontală cu cele din coloana verticală).



Scanned with OKEN Scanner

*Tabelul 9*

**Lichide de separare pentru diferite combinaţii de fibre**

| | Fibre proteice | Fibre vegetale (bumbac, celofibră, viscoză şi cupro) | Fibre poliamidice şi poliacrilnitrilice | Fibre poliesterice |
|---|---|---|---|---|
| Fibre PVC perclorurate | Nu este posibilă separarea | Sulfură de carbon plus cîteva picături de bromoform | Sulfură de carbon | Nu este posibilă separarea |
| Greutatea specifică a lichidului de sedimentare | — | 1,45 | 1,26 | — |
| Fibre PVC neclorurate | $CS_2$ + cîteva picături de bromoform | Nu este posibilă separarea | $CS_2$ + cîteva picături de bromoform | $CS_2$ + cîteva picături de bromoform |
| Greutatea specifică a lichidului de sedimentare | 1,41 | — | 1,34 | 1,45 |
| Dynel | Nu este posibilă separarea | $CS_2$+cîteva picături de bromoform | $CS_2$+cîteva picături de bromoform | Nu este posibilă separarea |
| Greutatea specifică a lichidului de separare | — | 1,41 | 1,23 | — |

Greutatea specifică indicată pentru lichidele utilizate în fiecare caz, trebuie să fie controlată picnometric sau cu densimetru.

Proba de analizat, căreia i s-au îndepărtat substanţele însoţitoare naturale sau cele provenite din procesul tehnologic, absolut uscată se taie în porţiuni mici de maximum 1 mm lungime. Tăierea fină este de maximă importanţă pentru analiza prin sedimentare, deoarece porţiunile mai mari împiedică mult separarea fibrelor. Tăierea probelor se poate face cu o foarfecă, dar această metodă este greoaie şi necesită timp. Din această cauză a fost înlocuită cu o moară de laborator. Separarea se face într-un aparat de sticlă special creat, cu capacitatea de 20 ml şi divizat cu 20 semne (fig. 6).

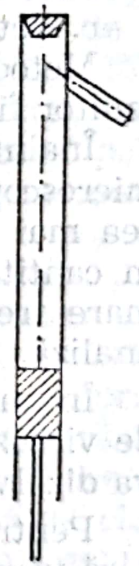


Fig. 6. Schema aparatului pentru sedimentarea fibrelor.

Înainte de începerea separării, se astupă lateral cu un dop şi pistonul se împinge pînă la semnul de jos al aparatului. Foarte important, este ca pistonul să se



Scanned with OKEN Scanner

închidă etanș. Apoi se introduce proba tăiată în tub, lăsînd fibrele să cadă pe capul pistonului. Cantitatea de fibre cîntărite trebuie să fie cuprinsă între 0,1—0,3 g. Se adaugă lichidul de sedimentare care lasă să curgă de sus în jos. După adaosul lichidului de sedimentare, se astupă cu un dop și se agită aproximativ 3 minute. Se lasă să stea două minute, se deschide tubul lateral și se împinge pistonul în sus astfel încît, fibrele care plutesc deasupra să fie antrenate în lichid, după care se împinge afară. Aceste fibre se prind într-o fiolă de cîntărire tarată, se evaporă lichidul de sedimentare pe baie de apă, apoi fiola se usucă 2—3 ore la temperatura de 80—90°C și se cîntărește.

## 7. Analiza cantitativă bazată pe separarea fibrelor prin metode chimice

Fibrele naturale cît și cele obținute prin procedee chimice, prezentînd macromolecule filiforme, structură diferită și comportare diferită față de solvenți și reactivi chimici permite separarea lor prin metode chimice bazate pe:

*a.* solubilitatea selectivă a fibrelor într-un solvent;

*b.* scindarea macromoleculelor în catene mai scurte folosind reactivi care dau soluții vîscoase filtrabile;

*c.* determinarea heteroatomilor caracteristici ca d.e. clor, azot.

Metoda separării cantitative prin dizolvarea uneia sau a mai multor fibre cu un solvent, este cea mai utilizată.

Înainte de separarea propriu-zisă, este necesar să se identifice la microscop, cu aproximație, componenta care se găsește în cantitatea cea mai mare. Se va dizolva totdeauna componenta care se găsește în cantitatea cea mai mică, iar cea care se găsește în cantitate mai mare trebuie obținută ca reziduu pentru reducerea erorilor de analiză.

În cazul cînd prin diferite teste de solubilitate sau determinare de viscozitate se stabilește că una din componente este degradată, se va dizolva această componentă.

Pentru dozarea cantitativă a amestecurilor de fibre, este necesară următoarea aparatură de laborator:

— creuzete filtrante din sticlă cu capac de 30—40 ml capacitate, cu pori de 90—150 nm;

— vas de trompă cu legătură la pompa de vid și cu garnitură de cauciuc pentru fixarea creuzetului filtrant;



Scanned with OKEN Scanner

— exicator cu gel de silice autoindicatoare sau clorură de calciu;

— etuvă electrică pentru uscarea probelor la temperatura de (105±3)°C;

— balanță analitică cu precizie de ±0,0001 g;

— fiole de cîntărire;

— aparat de extracție Soxhlet;

— agitator mecanic;

— vase conice de sticlă cu dop rodat sau de cauciuc de 50 ml, 100 ml.

În continuare se prezintă tehnicile de lucru comune pentru analiza chimică cantitativă a amestecurilor binare de fibre și anume:

*Eșantionarea*

Se prelevează un eșantion redus care să prezinte eșantionul de laborator și să fie suficient pentru toate probele de încercare necesare și anume de cel puțin 1 g.

*Pretratamentul eșantionului*

Eșantionul uscat la aer se extrage cu eter de petrol timp de o oră cu o viteză minimă de 6 sifonări pe oră într-un aparat Soxhlet. Se evaporă eterul de petrol apoi se introduce proba de analizat în apă distilată la temperatura de (20±2)°C unde se menține timp de o oră. Proba se introduce apoi în apă, la temperatura de (65±5)°C, unde se menține timp de o oră. Raportul de flotă la cele două tratamente este de 1 : 100. Se elimină excesul de apă din probă prin presare, absorbție la trompa de vid sau centrifugare și apoi se usucă la aer.

*Uscarea*

Toate operațiile de determinare a masei, absolut uscate, a probei de analizat cît și a reziduului insolubil obținut se efectuează în etuvă cu ventilație la temperatura de (105±3)°C, cel puțin 4 ore și cel mult 16 ore. Proba de încercare se introduce într-o fiolă de cîntărire, iar capacul se pune alături de fiolă, în etuvă. După uscare se acoperă fiola cu capacul, se scoate din etuvă și se trece imediat în exicator.

Creuzetul cu reziduu se introduce în etuvă cu capacul alături. După uscare se acoperă cu capacul și se trece imediat în exicator.



Scanned with OKEN Scanner

*Răcirea*

Toate operațiile de răcire se efectuează în exicatorul cu silice autoindicatoare timp de 2 ore și în exicatorul cu clorură de calciu timp de 30 minute. Exicatorul se plasează întotdeauna alături de balanță.

**Tehnica de lucru.** Se prelucrează din eșantionul redus după pretratament o probă de încercare de 1 g. Se mărunțește și se desfibrează în porțiuni de cca 10 mm lungime. Proba de analizat se usucă la masă constantă, într-o fiolă de cîntărire, se scoate din etuvă, se răcește în exicator și se cîntărește fiola cu materialul. Se trece proba de analizat într-un vas conic cu dop rodat și se cîntărește fiola de cîntărire din nou, iar prin diferență se determină masa deshidratată a probei de analizat. Urmează apoi dizolvarea uneia din componente prin metodele specifice fiecărui amestec binar de fibre. Reziduul obținut este necesar să se examineze la microscop pentru a se vedea dacă prin metoda aplicată a fost bine eliminată fibra solubilă.

Calculul și exprimarea rezultatelor se face în modul indicat la pct. 3.

## 8. Analiza chimică cantitativă a amestecurilor binare de fibre proteice cu fibre neproteice

Fibrele proteice din amestecurile binare cu fibre neproteice se elimină prin dizolvare în soluție de hipoclorit de sodiu. Reziduul este uscat și cîntărit; masa este corectată dacă este necesar și se exprimă în procente din masa deshidratată a amestecului. Procentul de fibre proteice este obținut prin diferență. Această metodă se aplică pentru următoarele fibre proteice: lînă, lînă tratată chimic, mătase nedegomată și degomată (Bombyx Mori, Anheraea Perny și Philosamia Ricini), mohair, cașmir, fibre proteinice regenerate pe bază de cazeină în amestec cu următoarele fibre neproteice: bumbac, cupro, vîscoză, modal, acrilice, clorofibre, poliamide, poliester, polipropilenă și fibre textile de sticlă.

Această metodă este aplicabilă după eliminarea materialelor nefibroase. Metoda nu este aplicabilă la amestecurile la care bumbacul a suferit o degradare chimică importantă, nici cînd viscoza sau fibrele cupro și modal nu sînt total solubile din cauza unor produse de finisare superioare sau a vopsirilor cu coloranți reactivi care nu pot fi eliminați complet.



Scanned with OKEN Scanner

**Tehnica de lucru.** 0,1—0,3 g material fibros absolut uscat se tratează într-un vas conic cu hipoclorit de sodiu în proporție de 100 $cm^3$ la 1 g de material fibros absolut uscat. Se închide vasul cu dopul rodat, se agită puternic, după care se lasă să stea 30 minute, la temperatura de $(20 \pm 1)°C$, agitîndu-se energic din cînd în cînd. Se decantează soluția printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil și se reține reziduul fibros. Se repetă această operație utilizînd o cantitate suplimentară de hipoclorit de sodiu. Reziduul din vas se trece cantitativ pe același creuzet filtrant. Se spală reziduul din creuzetul filtrant cu apă, apoi cu soluție diluată de acid acetic și din nou cu apă. În timpul spălării nu se aplică aspirarea; se lasă lichidul de spălare să treacă complet, datorită gravitației prin creuzetul filtrant. Restul lichidului din reziduul de pe filtru se elimină prin aspirare. Se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduul, la temperatura de $(105 \pm 3)°C$. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de $\pm 0{,}0001$ g.

Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

Calculul și exprimarea rezultatelor se face în modul indicat la pct. 3. Valoarea lui $K$ este 1,00, exceptînd bumbacul brut, pentru care valoarea este 1,03.

*Reactivi:* hipoclorit de sodiu, soluție *m* la care se adaugă hidroxid de sodiu pînă la obținerea unei concentrații de 5 g/l. Soluția se titrează iodometric, concentrația sa trebuind să fie cuprinsă între 0,9 . . . 1,1 *m;* acid acetic soluție diluată (5 $cm^3$ acid acetic glacial se aduce cu apă la balon cotat de 1 000 $cm^3$).
01 etilic p.a.

*Determinarea cantitativă a fibrelor de mătase Bombyx Mori în amestec cu fibre de bumbac*

Pentru determinarea cantitativă a fibrelor de mătase în amestec cu bumbac, se utilizează metodele:

— dizolvarea mătăsii în soluție Richardson și cîntărirea bumbacului rămas ca reziduu insolubil;

— dizolvarea mătăsii în soluție Silberman — Truchot și cîntărirea bumbacului rămas ca reziduu insolubil;

— dizolvarea bumbacului în clorură de aluminiu și cîntărirea mătăsii rămase ca reziduu.

Pentru îndepărtarea impurităților naturale și a celor provenite din procesul tehnologic, amestecul de fibre se tratează mai întîi cu o soluție apoasă care conține 2 g/l agent auxiliar anionic și 2 g/l fosfat trisodic.



Scanned with OKEN Scanner

Această spălare se face la temperatura de 50°C, la un raport de flotă de 1 : 30, timp de 20—30 minute. Se spală cu apă distilată și se usucă la aer. Apoi, amestecul de fibre este supus extracției cu eter de petrol (p.f. 60—80°C), într-un aparat Soxhlet, timp de o oră, cu un minim de 6 sifonări, se distilă eterul de petrol, iar proba extrasă se usucă la aer. Pentru efectuarea determinării, materialul textil se mărunțește astfel încît să se obțină fibre cu lungimea de maximum 5 mm, care se omogenizează și se introduc într-o fiolă de cîntărire la temperatura de (105±3)°C. Se astupă fiola, se răcește timp de 30 minute în exicator, se cîntărește, se continuă uscarea pînă la masă constantă, se transferă conținutul în vasul în care se face dizolvarea și se determină masa materialului textil prin diferență.

**Metoda cu soluție Richardson.** O cantitate de 3 g material textil, cîntărită cu precizie de $\pm 1.10^{-4}$, se introduce într-un vas conic de laborator și se tratează la temperatura camerei, pînă cînd mătasea se dizolvă complet (45—60 minute) cu soluție Richardson. Cantitatea de soluție care se adaugă este de 50 ml/g material. Se decantează lichidul și se filtrează printr-un creuzet filtrant 1 $G_2$, adus în prealabil la masă constantă, apoi se trece cantitativ reziduul pe filtru cu soluție Richardson. Reziduul din creuzet se spală cu 50 ml soluție Richardson, 1 000 ml apă distilată, pînă la absența, în apele de spălare, a ionului nichel (control dimetil-glioximă) și cu 100 ml alcool etilic.

După operația de spălare se aplică vidul. Se usucă creuzetul la temperatura de (105±3)°C, se răcește în exicator timp de 30 minute, se cîntărește, se usucă pînă la masă constantă și se determină masa reziduului insolubil.

Pentru determinarea factorului de corecție (pierdere suferită de mătase prin tratare cu soluție Richardson) se tratează o probă de mătase care a intrat în amestec cu soluție Richardson, în condițiile arătate la determinarea amestecului de fibre.

*Reactivi:* alcool etilic p.a. și soluție Richardson pentru a cărui preparare se dizolvă 10 g sulfat de nichel p.a. în 200 ml apă distilată, urmînd precipitarea nichelului cu amoniac (reacție foarte slab alcalină). Se filtrează hidroxidul de nichel rezultat, iar precipitatul de pe filtru se spală cu apă distilată pînă la absența ionului sulfuric (control cu clorură de bariu). Filtratul spălat se dizolvă umed într-un amestec de 50 ml hidroxid de amoniu concentrat ($\rho$=0,190) și 50 ml apă distilată.

**Metoda cu soluție Silbermann—Truchot.** O cantitate de 1—2 g material fibros pretratat, cîntărit cu precizie de $\pm 1.10^{-4}$, se introduce într-un vas conic cu dop rodat de 300 ml, peste care se adaugă



Scanned with OKEN Scanner

100 ml reactiv. Se acoperă cu dop vasul conic și se agită puternic. După cca 15 minute, mătasea nedegomată este complet solubilizată; mătasea degomată se dizolvă în 5 minute. Soluția se descomune la căldură. Reziduul (bumbacul) se filtrează și se spală pe filtru cu apă distilată pînă cînd reacția ionului cupru, devine negativă, apoi se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C pînă la masă constantă.

Nu se aplică factor de corecție, întrucît pierderea de masă a bumbacului prin tratare cu soluție Silbermann este sub 1%.

*Reactivi:* soluție Silbermann—Truchot, pentru a cărei preparare se dizolvă 10 g sulfat de cupru în 100 ml apă rece, iar soluției i se adaugă 5 g glicerină ($\rho$=1,23) concentrată (picurînd sub continuă agitare) și soluție concentrată de hidroxid de sodiu ($\rho$=1,14) pînă cînd precipitatul de hidroxid de cupru trece din nou în soluție. În practică sînt necesari cca 2,8 ml soluție de hidroxid de sodiu 5 *n*.

**Metoda cu clorură de aluminiu.** Mătasea este insensibilă la clorură de aluminiu, dar bumbacul se dizolvă bine.

*Determinarea cantitativă a fibrelor de mătase Antheraea Pernyi și Philosania Ricini în amestec cu bumbac.*

Materialul fibros (1—2 g), pretratat și absolut uscat, cîntărit cu precizie de $\pm 1.10^{-4}$, se introduce într-un balon conic prevăzut cu un dop de cauciuc, străbătut de un capilar. Se adaugă hidroxid de sodiu 12 *n*, 100 ml/g material. Se acoperă vasul cu un dop și se agită puternic. Se fierbe timp de 1/2 oră, se filtrează prin creuzet filtrant $2G_2$, adus în prealabil la masă constantă. Reziduul din creuzet se spală succesiv cu:

50 ml soluție de hidroxid de sodiu 12 *n*;
500 ml apă distilată rece;
200 ml acid acetic 1%;
500 ml apă distilată;
100 ml alcool etilic.

Se usucă creuzetul cu reziduu la temperatura de (105±3)°C pînă la masă constantă și se determină astfel masa reziduului insolubil.

*Reactivi:* hidroxid de sodiu 12 *n* și alcool etilic p. a. 96%.

*Determinarea cantitativă a fibrelor de lînă în amestec cu mătase*

Pentru determinarea cantitativă a fibrelor de lînă în amestec cu mătase, se utilizează metodele:

— dizolvarea mătăsii în soluție Richardson (soluție oxid de nichel amoniacal) și cîntărirea lînii rămase ca reziduu insolubil (metodă descrisă la separarea mătăsii de bumbac);



Scanned with OKEN Scanner

— dizolvarea mătăsii în sulfocianură de calciu și cîntărirea lînii rămase ca reziduu insolubil;

— dizolvarea mătăsii în soluție de acid formic — clorură de zinc și cîntărirea lînii rămase ca reziduu insolubil;

— dizolvarea mătăsii în soluție de acid formic — clorură de zinc și cîntărirea lînii rămase ca reziduu insolubil;

— dizolvarea mătăsii în soluție de cuproetilendiamină la temperatura de 18°C și cîntărirea lînii rămase ca reziduu insolubil;

— dizolvarea mătăsii în acid sulfuric 75% și cîntărirea lînii rămase ca reziduu insolubil.

Pentru îndepărtarea impurităților naturale și a celor provenite din procesul tehnologic, amestecul de fibre se tratează mai întîi cu o soluție apoasă care conține 2 g/l agent auxiliar neionogen și 2 g/l fosfat disodic. Spălarea se efectuează la temperatura de 50°C, la un raport de flotă de 1 : 3, timp de 20—30 minute. Se spală cu apă distilată și se usucă la aer, apoi amestecul de fibre este supus extracției cu tetraclorură de carbon, timp de o oră la un aparat Soxhlet, cu un minim de 6 sifonări pe oră. Se distilă solventul, iar proba extrasă se usucă la aer. Pentru efectuarea determinării, materialul textil se mărunțește în fragmente de fibre cu lungimea de maximum de 5 mm, care se omogenizează și se introduc într-o fiolă de cîntărire. Se iau cel puțin două probe din materialul textil pretratat, se usucă fiecare probă în etuvă la temperatura de (105±3)°C, se acoperă fiolele, se răcesc în exicator și se cîntăresc. Se continuă uscarea pînă la masă constantă. Se transferă conținutul în vasul în care se face dizolvarea și se determină masa materialului textil, prin diferență.

**Metoda cu soluție Richardson.** Această metodă de dizolvare a mătăsii cu soluție Richardson se efectuează în modul indicat la separarea bumbacului de mătase.

Soluția amoniacală de oxid de nichel trebuie pregătită exact, în modul descris, deoarece o cantitate mare de amoniac poate duce la o pierdere în greutate a lînii.

**Metoda cu sulfocianură de calciu.** Material fibros pretratat (0,5—1), cîntărit cu precizia de ±0,0001 g, se introduce într-un vas conic cu soluție de sulfocianură de calciu 100 ml/g de material. Se agită energic timp de o oră la temperatura de 70°C. Se filtrează printr-un creuzet filtrant $1G_2$, adus în prealabil la masă constantă. Reziduul din creuzet se spală cu apă distilată, pînă cînd nu se mai obține coloratia roșie de clorură ferică.

Creuzetul cu reziduu se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C, se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește. Se continuă uscarea pînă la masă constantă.

Soluția de sulfocianură de calciu trebuie să aibă densitate 1,20—1,21 și $pH=5$ ($pH$-ul se corectează cu acid acetic).

**Metoda cu acid sulfuric.** 0,3—0,5 g material fibros pretratat și absolut uscat se introduce într-un flacon conic de 100 ml la care se adaugă 100 ml acid sulfuric la 1 g probă analizată. Se închide vasul conic cu dopul rodat și se agită viguros timp de 30 minute la temperatura de $(20\pm1)$°C. Se lasă apoi în repaos 30 minute și se agită din nou. Se decantează soluția printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil și se reține reziduul fibros. Se repetă această operație utilizînd o cantitate suplimentară de acid sulfuric. Reziduul din vas se trece cantitativ pe același creuzet filtrant. Se spală reziduul din creuzetul filtrant cu 50 ml acid sulfuric soluție diluată, 50 ml apă distilată, 50 ml soluție de amoniac. La fiecare spălare se lasă fibrele în contact cu lichidul, timp de 10 minute înainte de a aplica vidul. Se spală din nou cu apă lăsînd fibrele în contact cu apa timp de 30 minute. Restul lichidului din reziduu (de pe filtru) se elimină prin aspirare. Se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de $(105\pm3)$°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de $\pm0,0001$ g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

Calcularea și exprimarea rezultatelor se face în modul indicat la pct. 3. Valoarea lui $d$ este de 0,985 pentru lînă.

*Reactivi:* acid sulfuric (reactivul se prepară adăugînd cu precauție la rece 700 ml acid sulfuric concentrat — $\rho=1,84$ g/ml — 350 ml apă distilată; după răcirea acestei soluții la temperatura mediului ambiant, se aduce la balon cotat de 1 l cu apă distilată; concentrația acidului sulfuric poate fi cuprinsă între 73% și 77% m/m acid sulfuric); acid sulfuric soluție diluată (se adaugă lent 100 ml acid sulfuric concentrat — $\rho=1,84$ g/ml — la 1 900 ml apă distilată); amoniac soluție diluată (200 ml amoniac concentrat — $\rho=0,880$ g/ml — se diluează la balon cotat de 1 000 ml cu apă distilată).

**Metoda cu acid formic și clorură de zinc.** Se cîntăresc circa 0,1—2 g fibre, cu precizie de $\pm0,0001$ g, se introduc într-un vas conic cu acid formic + clorură de zinc 50 ml/g fibre, la temperatura de 40°C. Se introduce flaconul într-un termostat la temperatura de 40°C, unde se menține timp de o oră. Soluția obținută se filtrează printr-un creuzet filtrant $1G_2$, adus în prealabil la masă constantă; se spală reziduul din creuzet cu apă distilată. Creuzetul cu reziduu se usucă în etuvă la temperatura de $(105\pm3)$°C.

Se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește. Se usucă creuzetul pînă la masă constantă.

Metoda de dizolvare cu acid formic + clorură de zinc se aplică numai la mătasea degomată în amestec cu lînă.



Scanned with OKEN Scanner

*Reactivi:* acid formic de 85% (80 părți + 20 părți clorură de zinc anhidră).

*Determinarea cantitativă a fibrelor de mătase în amestec cu fibre viscoză și cupro*

Pentru separarea cantitativă a amestecurilor de mătase de fibrele din celuloză regenerată (hidratcelulozice), se utilizează metodele:

— dizolvarea mătăsii în soluție de hipoclorit de sodiu și cîntărirea fibrelor celulozice regenerate rămase ca reziduu insolubil în modul descris la pct. 8 de separare a fibrelor proteice de fibre neproteice;

— dizolvarea mătăsii în soluție Silbermann — Truchot și cîntărirea fibrelor hidratcelulozice rămase ca reziduu insolubil, în modul descris la separarea mătăsii de bumbac (factor de corecție pentru celofibră este 1,01);

— dizolvarea mătăsii în hidroxid de potasiu 2,5% și cîntărirea fibrelor celulozice rămase ca reziduu insolubil.

Ca pregătire, pentru îndepărtarea impurităților aderente, amestecul de fibre se tratează timp de 20—30 minute la temperatura de 50°C, la un raport de flotă 1 : 30, cu o soluție apoasă, care conține 2 g/l agent auxiliar neionogen și 2 g/l fosfat trisodic. După spălare, se clătește cu apă distilată și se usucă la aer. Pentru efectuarea determinării, materialul fibros se mărunțește în fragmente cu lungimea de maximum 5 mm, care se introduc într-o fiolă de cîntărire și se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C; apoi fiola care conține materialul se acoperă și se răcește în exicator, timp de 30 minute. Se cîntărește, se continuă uscarea pînă la masă constantă, se trece cantitatea de material fibros necesară pentru analiză, într-un vas conic și se determină masa materialului textil uscat prin diferență.

**Metoda cu reactivul Silbermann—Truchot.** Circa 1—2 g material uscat și pretratat, cîntărit cu precizie de $\pm 1 \cdot 10^{-4}$, se introduc într-un vas conic și se adaugă 100 ml reactiv Silbermann. Se acoperă vasul cu un dop și se agită puternic. După cca 15 minute mătasea nedegomată este complet solubilizată. Soluția se descompune la căldură. Reziduul (fibre hidratcelulozice) se filtrează pe un creuzet filtrant $1G_2$, adus în prealabil la masă constantă. Se spală reziduul insolubil cu apă distilată, pînă cînd reacția ionului cupru devine negativă. Creuzetul se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C, se răcește în exicator timp de 30 minute, se cîntărește și se continuă uscarea pînă la masă constantă.



Scanned with OKEN Scanner

**Metoda cu hidroxid de potasiu 2,5%.** Circa 0,1—0,2 g fibre uscate și pretratate, cîntărite cu o precizie de ±0,0001 g se introduc într-un vas conic, cu hidroxid de potasiu 2,5%, adus la temperatura de 75°C. Se închide vasul cu un dop de cauciuc prevăzut cu un capilar și se introduce într-un termostat la 75°C, unde se menține timp de 4 ore. Dizolvarea se intensifică agitînd din oră în oră conținutul fiolei. Se filtrează apoi pe un creuzet filtrant de sticlă $1G_2^\circ$, adus în prealabil la masă constantă, iar reziduul obținut se spală succesiv cu:

500 ml apă distilată;
100 ml acid acetic;
500 ml apă distilată;
100 ml alcool etilic.

Creuzetul cu reziduul, se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C, se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește Se continuă uscarea pînă cînd creuzetul ajunge la masă constantă.

*Reactivi:* hidroxid de potasiu 2,5%; acid acetic 0,5% și alcool etilic p.a.

## 9. Analiza chimică cantitativă a amestecurilor binare de fibre celulozice naturale cu alte fibre

*Determinarea cantitativă a fibrelor de bumbac în amestec cu fibre celulozice regenerate*

Pentru separarea cantitativă a fibrelor de bumbac și de celofibră, se utilizează metodele:

— dizolvarea celofibrei în zincat de sodiu și cîntărirea bumbacului rămas ca reziduu insolubil;

— dizolvarea celofibrei în amestec de acid formic și clorură de zinc și cîntărirea bumbacului rămas ca reziduu insolubil;

— dizolvarea celofibrei în acid sulfuric 59% și cîntărirea bumbacului rămas ca reziduu insolubil;

— dizolvarea celofibrei în sulfocianură de calciu și cîntărirea bumbacului rămas ca reziduu insolubil.

**Metoda cu zincat de sodiu.** Această metodă este aplicabilă după eliminarea materialelor nefibroase și se utilizează la amestecurile de viscoză, cea mai mare parte a fibrelor cupro și modal cu bumbac brut, spălat, fiert și albit. Metoda nu se aplică dacă fibrele celulozice regenerate au suferit tratamente susceptibile de insolubili-



Scanned with OKEN Scanner

zare cît și bumbacului care a suferit o degradare chimică importantă.

Se cîntăresc 0,2—0,3 g material fibros, pretratat și absolut uscat, cu precizie de ±0,0001 g, se introduc într-un vas conic cu dop rodat și se adaugă o soluție zincat de sodiu, diluată în proporție de 150 $cm^3$ pentru un gram de material luat pentru determinare. Se astupă vasul cu dopul rodat, se agită mecanic timp de 20 minute la temperatura de (20±1)°C. Se decantează lichidul pe un creuzet filtrant ($1G_1$ sau $1G_2$), tarat în prealabil. Reziduul din vasul conic se spală cu cîte 100 $cm^3$ amoniac diluat pentru fiecare gram de material, timp de 5 minute sub agitare. Reziduul se transferă pe creuzetul filtrant montat la vasul de trompă cu apă distilată, încălzită la temperatura de (80±10)°C. Se spală în continuare reziduul cu 1 $dm^3$ apă distilată încălzită la temperatura de (80±10)°C, apoi cu 100 $cm^3$ acid acetic și din nou cu 1 $dm^3$ apă distilată. În timpul spălării nu se aplică aspirarea. Se usucă creuzetul filtrant cu reziduu la temperatura de (105±3)°C. După uscare, se răcește în exicator timp de 30 minute, se cîntărește și se repetă operațiile de uscare, răcire și cîntărire, pînă la masă constantă.

Calculul și exprimarea rezultatului se efectuează conform pct. 3. Valoarea lui *d* este 1,02 pentru bumbacul crud, spălat, fiert și albit.

*Reactivi:* soluție de zincat de sodiu (360 g NaOH se dizolvă în 400 $cm^3$ apă distilată și se adaugă treptat, sub continuă agitare 160 g oxid de zinc. Se încălzește soluția pînă la fierbere, apoi se răcește. Se adaugă 400 $cm^3$ apă distilată, se agită și se aduce la balon cotat de 1 000 $cm^3$ cu apă distilată, înainte de utilizare se prepară o soluție 1 : 2 zincat de sodiu în apă și se agită puternic; această soluție poate fi folosită cel mult 24 ore de la preparare; se filtrează printr-un creuzet filtrant $1G_4$ și se păstrează într-o sticlă cu dop rodat); soluție de amoniac (100 $cm^3$ de amoniac concentrat — $\rho$=0,880 — se diluează cu 400 $cm^3$ de apă distilată); acid acetic 5%.

**Metoda cu acid formic și clorură de zinc.** Această metodă este aplicabilă după eliminarea materialelor nefibroase la amestecurile binare de viscoză, fibre cupro, modal cu bumbac crud, fiert, albit.

Metoda nu se aplică amestecurilor la care bumbacul a suferit o degradare chimică sau cînd fibrele celulozice regenerate nu sînt complet insolubile din cauza prezenței unor produse de finisare permanentă sau a vopsirii cu coloranți reactivi care nu pot fi eliminați complet.

Se cîntăresc 0,3—0,5 g material fibros, pretratat și absolut uscat, care se introduc într-un flacon conic, preîncălzit la tempera-



Scanned with OKEN Scanner

tura de 40°C, la care se adaugă 100 ml soluție de acid formic și clorură de zinc, preîncălzită la temperatura de 40°C la 1 g de probă analizată.

Se închide vasul conic cu dop rodat, se lasă în repaos timp de 2 ore, la temperatura de 40°C agitînd la intervale de 45 minute. Se decantează soluția printr-un creuzet filtrant tarat în prealabil și se reține reziduul fibros. Se repetă această operație utilizînd o cantitate suplimentară de 20 ml reactiv. Reziduul din vas se trece cantitativ pe același creuzet filtrant și se spală cu apă distilată încălzită la temperatura de 40°C, apoi cu 100 ml soluție de amoniac și din nou cu apă distilată rece. Restul lichidului din reziduul de pe filtru se elimină prin aspirare. Se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduu la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

*Reactivi:* acid formic/clorură de zinc (se prepară o soluție care conține 20 g clorură de zinc anhidru și 68 g acid formic anhidru adus la balon cotat de 100 ml cuapă distilată); amoniac soluție diluată (200 ml amoniac concentrat — $\rho$=0,880 g/l — se aduce la balon cotat de 1 000 ml cu apă distilată);

Calculul și exprimarea rezultatelor se face în modul indicat la punctul 3. Valoarea lui $d$ este de 0,98 pentru bumbacul crud și 0,96 pentru bumbacul spălat, fiert și albit.

**Metoda cu sulfocianură de calciu.** O cantitate de 0,5—1 g din materialul textil pretratat și absolut uscat, cîntărit cu o precizie de $\pm 1 \cdot 10^{-4}$, se introduce într-un vas conic. Se adaugă sulfocianură de calciu în proporție de 100 ml/g de probă. Se astupă vasul conic cu un dop de cauciuc străbătut de un capilar și se agită. Se încălzește la temperatura de 70°C și se menține la această temperatură timp de o oră. Se decantează lichidul și se filtrează printr-un creuzet filtrant $1G_2$, $1G_3$, adus în prealabil la masă constantă. Apoi se trece cantitativ reziduul pe filtru, cu sulfocianură de calciu. Reziduul din creuzet se spală succesiv cu:

50 ml sulfocianură de calciu;
500 ml apă distilată fierbinte;
500 ml apă distilată rece;
100 ml alcool etilic.

Se usucă creuzetul cu reziduu la temperatura de (105±3)°C, pînă la masă constantă și se determină astfel masa reziduului insolubil. Această metodă are dezavantajul că dizolvă și bumbacul degradat.

Factorul de corecție pentru bumbac, prin utilizarea acestei metode, este de 1,05.



Scanned with OKEN Scanner

*Reactivi:* sulfocianura de calciu, densitatea 1,35—1,36.

**Metoda cu acid sulfuric 59%.** O cantitate de 0,5 g fibre absolut uscate, cîntărite cu precizie de $\pm 1 \cdot 10^{-4}$, se introduc într-un vas conic de 100 ml împreună cu 40 ml acid sulfuric 59%. Se agită puternic timp de 3 minute cu un agitator mecanic și după repaus de 30 minute se mai agită încă 3 minute.

Se repetă ciclul de repaus și agitare.

Se decantează lichidul și se filtrează printr-un creuzet filtrant $2G_2$, adus în prealabil la masă constantă. Apoi, se trece cantitativ reziduul pe filtru cu acid sulfuric 59%. Reziduul din creuzet se spală succesiv cu:

50 ml acid sulfuric 59%;
20 ml acid sulfuric 20%;
500 ml apă distilată;
200 ml amoniac 1%;
500 ml apă distilată;
100 ml alcool etilic.

După fiecare operație de spălare cu soluțiile indicate, se aplică vidul. Se usucă creuzetul cu reziduu pînă la masă constantă, la temperatura de (105±3)°C.

Factorul de corecție pentru bumbacul brut este de 1,03, pentru bumbacul fiert, mercerizat și albit 1,02.

*Reactivi:* acid sulfuric 59% (la 1 280 ml/apă distilată se adaugă 1 000 ml acid sulfuric pur concentrat; după răcire, densitatea trebuie să fie 1,4875); amoniac 1%, acid sulfuric 20% și alcool etilic p.a. 96%.

*Determinarea cantitativă a fibrelor de bumbac în amestec cu fibre de azbest și sticlă*

Pentru separarea amestecului din fibre de bumbac cu fibre de azbest sau de sticlă se utilizează metodele:

— dizolvarea bumbacului în soluție de cuproxam și cîntărirea fibrelor de azbest rămase ca reziduu insolubil;

— calcinarea amestecului de fibre.

**Metoda cu soluție de cuproxam.** Circa 0,5—1,0 g din materialul fibros absolut uscat și cîntărit cu precizie de ±0,0001 g se introduc într-un vas conic cu dop rodat: se tratează cu 50 ml soluție proaspăt preparată de cuproxam, se agită energic cu ajutorul unui agitator mecanic și se lasă să stea la temperatura de 10°C timp îndelungat, de preferat peste noapte cînd bumbacul se di-



Scanned with OKEN Scanner

zolvă; se filtrează printr-un creuzet filtrant $1G_2$, adus în prealabil la masa constantă. Reziduul din creuzet se spală succesiv cu:

50 ml soluție cuproxam, în două porțiuni;
500 ml apă distilată, la temperatura de 10°C;
200 ml amoniac, pînă la reacția negativă a ionului cupru;
1 000 ml apă distilată.

Se usucă creuzetul la temperatura de (105±3)°C, se introduce în fiola de cîntărire, se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește. Se usucă pînă la masă constantă și se determină masa reziduului insolubil.

*Reactivi:* amoniac 1% și soluție cuproxam care se obține luînd 50 g sulfat de cupru, care se dizolvă în 300 ml apă distilată. În soluția răcită la temperatura de 10°C, se adaugă, picătură cu picătură, amoniac concentrat, pînă se precipită, evitîndu-se excesul de amoniac, care dizolvă precipitatul. Se lasă să decanteze și apoi se filtrează.

Precipitatul, încă umed, se dizolvă în amoniac, într-un vas conic, de 2 l, sub continuă agitare. Soluția obținută se utilizează proaspăt preparată.

Soluția cuproxam trebuie să conțină 3% cupru și 16,5% amoniac. Soluția se folosește proaspăt preparată și se păstrează numai la întuneric.

**Metoda prin calcinare.** O cantitate de 3—5 g material fibros absolut uscat, se introduce într-un creuzet de porțelan sau platină, adus în prealabil la masă constantă. Se introduce în cuptorul de calcinare, timp de o oră, la temperatura de 900°C, apoi se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește. Se continuă uscarea pînă la masă constantă.

Pierderea la calcinare (cenușa) se calculează cu formula:

$$\% \text{ cenușă} = \frac{M_1}{M_2} \cdot 100,$$

în care:

$M_1$ este masa uscată a cenușei, în g;

$M_2$ — masa uscată a materialului fibros luat pentru analiză, în g.

Pentru amestecul de azbest cu bumbac, conținutul de azbest se calculează prin raportarea cenușei la factorul 0,86.

Dacă s-a găsit că proba are un conținut de cenușă (d.e. 73%), atunci conținutul de azbest se calculează astfel:

$$\% \text{ azbest} = \frac{0{,}78}{0{,}86} \cdot 100 = 86{,}04.$$



Scanned with OKEN Scanner

Pentru determinarea greutăților corectate se aplică relațiile:
*Fibre de bumbac*=1,18 ($G_v$ — 14,3);
*Fibre de azbest*=1,18 (99 — $G_v$).
În cazul amestecului bumbac sticlă, relațiile de calcul vor fi:
*Azbest*=3,57 (2 $G_v$—1);
*Fibre de sticlă*=71,4 (14,5—$G_v$),
în care:
$G_v$ este masa probei după calcinare, în g.

## 10. Analiza chimică cantitativă a amestecurilor binare de fibre liberiene cu fibre chimice

*Determinarea cantitativă a fibrelor liberiene în amestec cu celofibra.*

Acest amestec se găsește destul de rar; totuși poate fi întîlnit în practică. Metoda vopsirii cu Neocarmin și repartizării fibrelor pe culori poate fi întrebuințată, însă cere foarte mult timp.

Pentru determinarea cantitativă a fibrelor liberiene în amestec cu celofibră se utilizează metodele:

— dizolvarea celofibrei cu hidroxid de sodiu 3 n la rece și cîntărirea fibrelor liberiene rămase insolubile;

— dizolvarea celofibrei în acid formic + clorură de zinc și cîntărirea fibrelor liberiene rămase insolubile; se procedează în modul descris la separarea bumbacului de celofibră.

Pentru îndepărtarea impurităților de pe fibre este necesar ca acestea să fie tratate timp de 30 minute cu o soluție apoasă, care conține 2 g agent neionogen și 2 g/l fosfat disodic, la temperatura de 50°C; apoi se spală cu apă distilată, se usucă la aer și se extrage cu eter de petrol (p.f. 60—80°C) la aparatul Soxhlet, timp de o oră, cu un minim de 6 sifonări. Se distilă eterul de petrol, iar proba extrasă se usucă la aer. Pentru efectuarea determinării, materialul textil se mărunțește astfel încît să se obțină fibre cu lungimea de maximum 5 mm, care se omogenizează și se introduc într-o fiolă de cîntărire adusă în prealabil la masă constantă la temperatura de (105±3)°C. Se iau cel puțin două probe din materialul textil pretratat, se usucă probele în etuvă pînă la masă constantă, se transferă conținutul fiolei în vasul în care se face dizolvarea și se determină greutatea materialului textil prin diferență.



Scanned with OKEN Scanner

**Metoda cu hidroxid de sodiu 3 n.** Se cîntăresc circa 0,5 g material fibros, absolut uscat, cu precizie de $\pm 1 \cdot 10^{-4}$, se introduc într-un vas conic cu dop rodat, se răcește vasul la temperatura de (—7±1°C) și se adaugă o cantitate de 50 ml hidroxid de sodiu 3 *n*, răcită în prealabil la aceeași temperatură. Vasul bine închis, se agită puternic și se menține la temperatura de —7°C, timp de două ore. Se scoate vasul din baie, se agită energic timp de 5 minute și se filtrează printr-un creuzet filtrant $2G_2$, adus în prealabil la masă constantă. Pentru filtrare, se decantează mai întîi soția de deasupra, iar reziduul nedizolvat se trece cantitativ pe filtru, cu puțin hidroxid de sodiu. Pe creuzet, reziduu se spală succesiv cu 50 ml hidroxid de sodiu 3 *n* răcit la temperatura de (—7±1)°C, 500 ml apă distilată și 200 ml acid clorhidric, 0,2 *n* pentru neutralizarea completă a alcaliilor (acidul trebuie să rămînă în contact cu reziduul timp de 10 minute) și cu apă distilată, pînă la dispariția ionului clor (verificarea cu azotat de argint).

Se usucă creuzetul cu reziduu la temperatura de (105±3)°C, pînă la masă constantă.

Pentru determinarea factorului de corecție, se recomandă a se efectua o probă martor.

*Reactivi:* hidroxid de sodiu 3 *n* (120 g hidroxid de sodiu p.a. se dizolvă în 1 000 ml apă distilată) și acid clorhidric 0,2 *n*.

*Determinarea cantitativă a fibrelor de in în amestec cu fibre poliesterice*

În vederea eliminării impurităților naturale (hemiceluloze, ceruri) cît și a celor provenite din procesul tehnologic (oligomeri, avivaje, apreturi, rășini) este necesar ca proba de analizat să fie tratată cu un amestec constituit dintr-un volum de toluen și 3 volume de alcool metilic în aparatul Soxhlet, timp de 5 ore cu o viteză de minimum 6 sifonări pe oră.

După evaporarea amestecului de solvenți din probă se continuă extracția cu apă la fierbere, timp de o oră la un raport de flotă de 1 : 100, agitînd lichidul periodic. Se elimină excesul de apă din proba extrasă prin presare, aspirare sau centrifugare, după care proba se usucă în aer liber. Dacă proba conține impurități care nu pot fi eliminate cu amestec de toluen și alcool etilic, și apoi cu apă (d.e. apret sau un produs de finisare special), acestea trebuie eliminate printr-o metodă adecvată, care nu degradează nici una din fibrele componente ale amestecului. Proba astfel tratată se mărunțește prin desfibrare și tăiere astfel încît să se obțină fibre cu lungimea de 5—10 mm. Se usucă, pînă la masă con-



Scanned with OKEN Scanner

stantă, la temperatura de (105±3)°C 0,3—0,5 g material fibros, cîntărit cu precizia de ±0,0001 g, se introduc într-un flacon conic cu dop rodat la care se adaugă acid sulfuric 77% în proporție de 250 $cm^3$ pentru un gram de material uscat. Se închide vasul cu dopul rodat și se agită cu dispozitivul de agitare mecanică timp de 10 minute la temperatura de (20±1)°C; se introduce apoi vasul într-un termostat unde se menține la temperatura de (60±1)°C, timp de 60 minute, agitîndu-l din 10 în 10 minute. Se decantează soluția obținută printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil. Reziduul din vasul conic se spală cu 100 $cm^3$ acid sulfuric în trei porțiuni la temperatura de 20°C și se transferă în același creuzet filtrant montat la vasul de trompă. Reziduul se spală cu apă, apoi cu 60 $cm^3$ soluție de amoniac (în două porțiuni) și din nou cu apă pînă la neutralizare. În timpul spălării nu se aplică aspirarea. Restul lichidului din reziduul de pe creuzetul filtrant se elimină prin aspirare. Se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g.

Calculul și exprimarea rezultatelor se efectuează în modul indicat la pct. 3. Valoarea lui $d$ este de 0,985.

## 11. Analiza chimică cantitativă a amestecurilor binare de fibre acetat cu alte fibre

Pentru separarea fibrelor acetat de alte fibre, se aplică metodele:

— solubilizarea fibrelor acetat în acetonă și cîntărirea reziduului insolubil (metoda de dozare generală, oricare ar fi compoziția amestecului cu fibre acetat, cu excepția cazului cînd există în amestec fibre policlorvinilice perclorurate care, de asemenea, sînt solubile);

— solubilizarea fibrelor acetat în acid acetic cristalizabil și cîntărirea reziduului insolubil (metoda este aplicabilă în special la amestecurile binare de fibre acetat cu clorofibre;

— solubilizarea fibrelor triacetat în clorură de metilen și cîntărirea reziduului insolubil de lînă, bumbac sau viscoză;

— solubilizarea fibrelor acetat în alcool benzilic și cîntărirea reziduului insolubil de fibre triacetat.

Ca operații pregătitoare, produsele însoțitoare se îndepărtează de pe amestecul de fibre prin extracția probei timp de 2—3 ore cu benzen într-un aparat Soxhlet, cu minimum de 6 sifonări pe oră. Se distilă benzenul, iar proba uscată la aer se extrage în conti-



Scanned with OKEN Scanner

nuare cu apă distilată, timp de 2 ore. Proba supusă extracției, se usucă la aer, apoi se mărunțește în fragmente cu lungimea de maximum 5 mm, care se omogenizează, se usucă în etuvă cu vid la temperatura de 75°C, se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește. Se continuă uscarea pînă la masă constantă. Se transferă conținutul într-un vas conic și se determină masa materialului textil, prin diferență.

*Determinarea cantitativă a amestecurilor binare de fibre acetat cu alte fibre*

**Metoda cu acetonă.** Se aplică amestecurilor binare de fibre acetat cu lînă, mătase, fibre celulozice regenerate, fibre proteice regenerate, fibre poliesterice, poliamidice, acrilice și fibre textile de sticlă. Această metodă nu se aplică amestecurilor binare de fibre acetat cu fibre modacrilice sau fibre dezacetilate.

Pentru determinare din proba pretratată și absolut uscată se cîntăresc, prin diferență, 0,3—0,5 g material fibros, cu precizie de $\pm$0,0001 g. Proba de analizat se introduce într-un vas conic cu dop rodat, se adaugă acetonă, în proporție de 100 ml la 1 g material uscat se închide vasul cu dopul rodat și se agită cu ajutorul dispozitivului de agitare mecanică timp de 30 minute, la temperatura de (20$\pm$1)°C. Se decantează soluția printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil. Se repetă extracția cu acetonă încă de două ori, fiecare extracție efectuîndu-se timp de 15 minute, astfel încît durata totală a tratamentului cu acetonă să fie de o oră. Reziduul din vas se spală cantitativ cu acetonă și se filtrează prin creuzetul filtrant, lăsînd ca lichidul să se scurgă sub acțiunea gravitației. Nu se aplică aspirarea în timpul spălării. Restul lichidului din reziduul de pe creuzetul filtrant se elimină prin aspirare. Creuzetul cu reziduul se usucă în etuvă la temperatura de (105$\pm$3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de $\pm$0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

*Reactivi:* acetonă cu interval de distilare cuprins între 55,5°C și 57,0°C (min. 95% vol.).

*Determinarea cantitativă a amestecurilor binare de fibre triacetat cu alte fibre*

**Metoda cu clorură de metilen.** Această metodă este aplicabilă după eliminarea materialelor nefibroase din amestecurile binare de triacetat cu lînă, fibre proteice regenerate, bumbac, viscoză, fibre



Scanned with OKEN Scanner

cupro, modal, poliamide, poliester, fibre textile de sticlă. Metoda nu se aplică fibrelor triacetat parțial hidrolizate.

Materialul fibros (0,3—0,5 g) pretratat și absolut uscat se tratează într-un vas conic cu clorură de metilen în proporție de 100 ml la 1 g de material. Se închide vasul cu dop rodat și se agită timp de 30 minute la temperatura de (20±1)°C. Se decantează soluția pe un creuzet filtrant tarat în prealabil. Se repetă extracția reziduului rămas în vasul conic cu încă 60 ml clorură de metilen, se agită vasul cu mîna, se filtrează soluția prin creuzetul filtrant, și se trece cantitativ cu clorură de metilen pe același creuzet filtrant. Restul lichidului din reziduul de pe filtru se elimină prin aspirare și se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea, pînă la masă constantă.

Calcularea și exprimarea rezultatelor se efectuează conform relațiilor date la pct. 3. Valoarea lui d pentru fibrele poliester este de 1,01.

*Reactivi:* clorură de metilen p.a.

*Determinarea cantitativă a amestecurilor binare de fibre triacetat cu fibre acetat*

**Metoda cu alcool benzilic.** Materialul fibros 0,3—0,5 g, pretratat și absolut uscat se tratează într-un vas conic cu alcool benzilic în proporție de 100 ml la 1 g material uscat. Se închide vasul cu dopul rodat și se agită energic cu un dispozitiv mecanic și apoi se menține într-o baie de apă cu termostat la temperatura de (52±2)°C. Se agită fiola timp de (20±1) minute, la această temperatură. Se decantează soluția printr-un creuzet filtrant tarat în prealabil. Reziduul din vas se tratează cu o nouă cantitate de alcool benzilic, se agită și se menține la temperatura de (52±2)°C timp de 20 minute. Se filtrează conținutul fiolei pe același creuzet filtrant și se repetă aceeași operație (a treia oară) cu un volum de 100 ml alcool benzilic. Se trece reziduul cu lichidul pe creuzetul filtrant cu o cantitate suplimentară de alcool benzilic, încălzit la temperatura de (52±2)°C, apoi se spală de trei ori cu eter etilic. Restul lichidului din reziduul de pe creuzetul filtrant se elimină prin aspirare și se usucă creuzetul cu reziduul le temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

*Reactivi:* alcool benzilic p.a.; eter etilic p.a.



Scanned with OKEN Scanner

**Metoda cu acetonă.** Această metodă se aplică după eliminarea materialelor nefibroase de pe amestecurile binare de fibre acetat cu fibre triacetat. Pentru determinare, se cîntăresc la balanță analitică 0,4—0,6 g material fibros pretratat și absolut uscat, se introduc într-un flacon conic și se adaugă acetonă în proporție de 80 ml la 1 g de probă de analizat. Se astupă vasul conic cu dopul rodat și se agită timp de o oră la un dispozitiv de agitare mecanică.

Lichidul din vasul conic se decantează pe un creuzet filtrant tarat în prealabil. Se adaugă peste reziduu 60 ml soluție apoasă de acetonă, se agită manual și se decantează lichidul pe creuzetul filtrant. Se repetă acest tratament încă de două ori.

Se trece reziduul pe creuzet cu o cantitate suplimentară de acetonă apoasă. Se spală reziduul din creuzet cu 50 ml soluție apoasă de acetonă. Restul lichidului din reziduul de pe creuzetul filtrant se elimină prin aspirare.

Creuzetul cu reziduul se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator și apoi se cîntărește la balanța analitică cu o precizie de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

Calculul rezultatelor se face în modul indicat la pct. 3.

Valoarea lui $d$ este 1,01.

*Reactivi:* acetonă soluție apoasă, 70% ($v/v$). Se diluează 700 ml acetonă la 1 l cu apă distilată.

*Determinarea cantitativă a amestecurilor binare de fibre acetat cu clorofibre*

**Metoda cu acid acetic cristalizabil.** Această metodă este aplicabilă amestecurilor binare de fibre acetat cu clorofibre.

Materialul fibros (0,5—1 g), pretratat și absolut uscat se introduce într-un vas conic în care se adaugă acid acetic cristalizabil în proporție de 100 ml pentru 1 g de material uscat. Se închide vasul cu dopul rodat și se agită cu dispozitiv de agitare mecanic timp de 20 minute la temperatura de (20±1)°C. Se decantează soluția printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil și se reține fibrele. Se repetă această operație de două ori, utilizînd de fiecare dată cîte 100 ml de reactiv. Reziduul se trece cantitativ pe creuzetul filtrant montat la vasul de trompă. Se spală reziduul din creuzet de trei ori cu apă. Restul de lichid din reziduul de pe filtru, rămas după scurgerea lichidului prin gravitate, se elimină prin aspirare. Se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de



Scanned with OKEN Scanner

(105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g, se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

*Reactivi:* acid acetic cristalizabil cu interval de distilare între 117 și 119°C.

## 12. Analiza cantitativă a amestecurilor binare de fibre poliamidice (6 și 6.6) cu fibre proteice și celulozice

*Determinarea cantitativă a fibrelor poliamidice în amestec cu lînă*

Pentru separarea cantitativă a fibrelor poliamidice de fibrele de lînă se utilizează metodele:

— dizolvarea fibrelor poliamidice în acid formic 80% la rece și cîntărirea lînii rămase insolubile; această metodă se aplică numai cînd lîna nu depășește 25%; în caz contrar se procedează la solubilizarea lînii cu hipoclorit de sodiu;

— dizolvarea fibrelor polihexametilenadipaminice (nailon 6.6) în acid clorhidric (ρ=1,13) și cîntărirea lînii rămase insolubilă;

— dizolvarea lînii în hipoclorit de sodiu la rece și cîntărirea fibrelor poliamidice rămase insolubile (metodă descrisă la separarea fibrelor proteice de fibrele neproteice);

— dizolvarea lînii în hidroxid de potasiu, la temperatura de 75°C și cîntărirea fibrelor poliamidice ca reziduu insolubil.

Cerurile, uleiurile și oligomerii se îndepărtează prin extracție cu eter de petrol în aparatul Soxhlet timp de o oră cu o viteză de minimum 6 sifonări pe oră. După evaporarea eterului de petrol din probă, se continuă extracția cu apă distilată timp de două ore cu aceeași viteză.

Pentru efectuarea determinării, proba se mărunțește prin desfibrare și tăiere astfel încît să se obțină fibre cu lungimea de 5—10 mm, se omogenizează, se introduc într-o fiolă de cîntărire și se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C pînă la masă constantă. Se transferă conținutul fiolei într-un vas conic și se determină masa materialului textil absolut uscat.

**Metoda cu acid formic.** Material fibros (0,5—1 g), absolut uscat se tratează în vasul conic cu acid formic în proporție de 100 ml la 1 g de probă și se închide vasul cu dopul rodat. Se agită pentru a se umezi proba și se menține la temperatura camerei timp de



Scanned with OKEN Scanner

15 minute agitînd din cînd în cînd. Se filtrează apoi soluția printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil. Reziduul se spală cu o cantitate mică de acid formic și se transferă cu ajutorul unei cantități suplimentare de acid formic în creuzetul filtrant montat la vasul de trompă. Reziduul se spală succesiv cu acid formic, apă fierbinte, soluție de amoniac și apoi cu apă rece. După fiecare adaos de lichid se așteaptă trecerea prin creuzet a acestuia și apoi se aplică aspirarea. Se elimină lichidul din creuzet prin aspirare și se usucă creuzetul cu reziduu la temperatura de (105±3)°C, se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

*Reactivi:* acid formic soluție 80% (ρ=1,186 g/ml; se diluează cu apă 800 ml acid formic 90% — ρ=1,204 — pînă se obține un litru de soluție. Se mai poate proceda și astfel: se diluează cu apă 780 ml acid formic soluție 98...100% — ρ=1,220 — pînă la un litru. Se admite concentrația acidului formic cuprinsă între 77% și 83%); amoniac soluție (80 ml soluție de amoniac — ρ=0,880 — se diluează la 1 litru cu apă distilată); eter de petrol cu interval de distilare între 40°C și 60°C.

**Metoda cu acid clorhidric.** Se cîntăresc circa 0,5—1 g material fibros, absolut uscat și pretratat, cu precizie de ±0,0001 g, se introduc într-un vas conic cu 100 ml acid clorhidric — ρ=1,139 — pentru 1 g material. Se agită energic și se menține la temperatura de 20°C timp de 15 minute. Se agită din nou și se lasă încă 15 minute în repaus. După o agitare mecanică se filtrează printr-un creuzet filtrant $1G_2$, adus în prealabil la masă constantă, se decantează soluția, se trece reziduul pe creuzet și se spală vasul conic cantitativ cu acid clorhidric (ρ=1,139).

Reziduul de pe creuzet se spală succesiv cu: 80 ml acid clorhidric diluat (2 : 3 vol.) se deconectează vidul și se lasă 10 minute. Se spală cu apă distilată, pînă la reacția neutră, apoi cu 100 ml alcool etilic.

Se usucă creuzetul, la temperatura de (105±3)°C, pînă la masă constantă și se determină masa reziduului insolubil.

*Reactivi:* acid clorhidric — ρ=1,139 (se diluează HCl — ρ=1,19 — cu apă distilată pînă ce ajunge la densitatea dorită); acid clorhidric 2 : 3 (două părți HCl+trei părți apă); amoniac (opt părți amoniac concentrat la 92 părți apă); alcool etilic 98% p.a.

**Metoda cu hidroxid de potasiu.** Se cîntăresc circa 1—2 g material fibros, pretratat și absolut uscat, cu precizie de ±0,0001 g care se introduc într-un vas conic cu gît larg (de 250 ml) și se adaugă hi-



Scanned with OKEN Scanner

droxid de potasiu. Modulul de flotă va fi de 1 : 100. Se închide vasul cu un dop de cauciuc străbătut de un capilar şi se menţine în etuvă la temperatura de 75°C timp de 4 ore. Dizolvarea se uşurează agitînd cel puţin o dată pe oră. Se filtrează printr-un creuzet filtrant $1G_2$, adus în prealabil la masă constantă. Reziduul din creuzet se spală succesiv cu:

500 ml apă distilată încălzită la temperatura de 70°C;
500 ml apă distilată rece;
200 ml acid acetic 2%;
apă distilată pînă la reacţie neutră;
100 ml alcool etilic.

Creuzetul cu reziduul se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C şi se răceşte în exicator timp de 30 minute, şi apoi se cîntăreşte. Se continuă uscarea pînă la masă constantă.

*Reactivi:* hidroxid de potasiu 0,5*n* (ρ=1,022), preparat la rece şi acid acetic diluat (1,5 ml acid acetic concentrat se aduce cu apă distilată la 2 l).

*Determinarea cantitativă a fibrelar poliamidice în amestec cu fibrele celulozice*

Pentru separarea cantitativă a fibrelor poliamidice de fibrele celulozice, se utilizează metodele:

— solubilizarea fibrelor poliamidice în acid formic şi cîntărirea reziduului insolubil rămas pe filtru (viscoză, cupro, bumbac) metodă descrisă la amestecurile de fibre poliamidice cu lînă);

— solubilizarea fibrelor poliamidice (polihexametilenadipice) în acid clorhidric (ρ=1,139 g/ml) şi cîntărirea reziduului rămas pe filtru, metodă descrisă la separarea fibrelor poliamidice de lînă;

— solubilizarea fibrelor celulozice regenerate cu zincat de sodiu şi cîntărirea reziduului insolubil de fibre poliamidice, metodă descrisă la separarea bumbacului de fibre celulozice regenerate.

## 13. Analiza cantitativă a amestecurilor binare de fibre acrilice şi modacrilice cu fibre proteice şi celulozice

Pentru separarea cantitativă a fibrelor acrilice şi modacrilice de fibrele proteice şi celulozice, se utilizează metodele:

— dizolvarea fibrelor acrilice în dimetilformamidă şi cîntărirea fibrelor proteice şi celulozice ca reziduu insolubil;



Scanned with OKEN Scanner

— dizolvarea lînii în soluţie de hipoclorit de sodiu şi cîntărirea fibrelor acrilice rămase ca reziduu insolubil, metodă descrisă la separarea fibrelor proteice de fibre neproteice;

— dizolvarea lînii într-o soluţie de hidroxid de potasiu 0,5 *N* şi cîntărirea fibrelor acrilice rămase ca reziduu insolubil;

— dizolvarea fibrelor acrilice în acid azotic şi cîntărirea lînii rămase ca reziduu insolubil;

— dizolvarea fibrelor acrilice în γ-butirolactonă şi cîntărirea reziduului de fibre celulozice.

Pentru îndepărtarea impurităţilor naturale şi a celor provenite din procesul tehnologic, materialul fibros este supus extracţiei timp de 3 ore, într-un aparat Soxhlet, cu minimum 6 sifonări pe oră cu un amestec de volume egale din eter de petrol şi alcool metilic. Se usucă la aer şi continuă extracţia cu apă distilată. Se distilă apa. Proba se usucă la aer, se mărunţeşte în fragmente cu lungimea de 5 mm, se omogenizează şi se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°. Se răceşte fiola în exicator timp de 30 minute şi se cîntăreşte. Se continuă uscarea pînă la masă constantă. Se transferă conţinutul într-un vas conic şi se determină masa materialului textil uscat prin diferenţă.

**Metoda cu dimetilformamidă.** Această metodă este aplicabilă la amestecurile binare de fibre acrilice şi modacrilice cu fibre proteice, bumbac, viscoză, cupro, modal, fibre de sticlă. Nu se aplică fibrelor acrilice vopsite cu coloranţi premetalizaţi nici la cele vopsite cu coloranţi cromatabili.

Se cîntăresc 0,5—1 g material fibros, pretratat şi absolut uscat, cu precizia de ±0,0001 g, se introduc într-un flacon conic la care se adaugă dimetilformamidă în proporţie de 80 $cm^3$ la un 1 g de probă. Se închide vasul cu dopul rodat, se agită pentru a se umezi proba şi se menţine la temperatura de 90—95°C timp de o oră, agitînd la intervale de cca 5 minute. Se decantează apoi soluţia printr-un creuzet filtrant tarat în prealabil. Reziduul se tratează cu încă 60 $cm^3$ dimetilformamidă şi se menţine timp de 30 minute la temperatura de 90—95°C, agitînd uşor cu mîna. Se decantează lichidul prin creuzetul filtrant. Reziduul se tratează cu 160 $cm^3$ de apă şi se lasă în contact 5 minute la temperatura ambiantă, scuturînd energic vasul din timp în timp. Se decantează apa prin creuzet şi se repetă această spălare încă de trei ori. După ultima spălare, se filtrează conţinutul vasului prin creuzet, folosind aspirarea. Se trec pe creuzet urmele de material rămase în vas, prin spălarea acestuia din urmă cu apă.

Se elimină lichidul din creuzet prin aspirare, se usucă creuzetul cu reziduu la temperatura de (105±3)°C. Se răceşte în exicator timp de



Scanned with OKEN Scanner

30 minute și se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

Calculul și exprimarea rezultatelor se efectuează în modul descris la pct. 3. Valoarea lui *d* este următoarea:

| | |
|---|---|
| bumbac fiert, albit, crud | 1,01; |
| viscoză, cupro, modal | 1,01; |
| lînă | 1,01; |
| mătase | 1,01. |

*Reactivi:* dimetilformamidă cu interval de distilare între 152°C și 154°C; eter de petrol cu interval de distilare între 40°C și 60°C; alcool metilic absolut.

**Metoda cu acid azotic.** Se cîntăresc 0,5—1 g material fibros, pretratat și absolut uscat, cu precizie de ±0,0001 g se introduc într-un flacon conic și se tratează cu acid azotic în proporție de 100 $cm^3$ la 1 g material timp de 15 minute, la temperatura de (20±1)°C, agitînd continuu cu dispozitiv de agitare mecanică. Se decantează soluția printr-un creuzet filtrant tarat în prealabil. Reziduul din vas se trece cantitativ pe același creuzet filtrant cu o cantitate suplimentară de acid azotic. Se spală reziduul din creuzetul filtrant cu apă, pînă la reacția neutră. Restul lichidului din reziduul de pe filtru se elimină prin aspirare, se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răcește timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g.

*Reactivi:* acid azotic 65% ($\rho$=1,40 g/ml).

**Metoda cu γ-butirolactonă.** Se cîntăresc 0,3—0,5 g material fibros, pretratat și absolut uscat, cu precizie de ±0,0001 g, se introduc într-un flacon conic. Se adaugă γ-butirolactonă în proporție de 100 ml la 1 g probă de analizat, se agită timp de 2 minute pe o baie de ulei încălzită la temperatura de 170°C (control permanent cu termometrul). Se decantează soluția printr-un creuzet filtrant tarat în prealabil și se reține reziduul fibros care se spală cu o cantitate suplimentară de γ-butirolactonă. Se trece lichidul și reziduul fibros cantitativ pe creuzetul filtrant. Se spală reziduul din creuzetul filtrant cu apă distilată și apoi cu alcool etilic. Restul lichidului din reziduul de pe filtru se elimină prin aspirare. Se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 min și apoi se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

Calculul și exprimarea rezultatelor se efectuează în modul descris la pct. 3. Valoarea lui *d* pentru bumbacul crud este 1,027.

*Reactivi:* γ-butirolactonă (sesolvan *NK*) cu p.f. 200—202°C; alcool etilic p.a.



Scanned with OKEN Scanner

## 14. Analiza cantitativă a amestecurilor binare de fibre poliesterice cu fibre proteice şi celulozice

*Determinarea cantitativă a fibrelor poliesterice în amestec cu lînă*

Pentru separarea cantitativă a fibrelor poliesterice de lînă, se utilizează metodele:

— solubilizarea fibrelor poliesterice în γ-butirolactonă şi cîntărirea reziduului insolubil (lîna);

— solubilizarea fibrelor poliesterice în nitrobenzen şi cîntărirea reziduului insolubil (lîna);

— solubilizarea fibrelor poliesterice în amestec de fenol şi tetracloretan (1 : 1) şi cîntărirea reziduului insolubil (lînă);

— solubilizarea fibrelor de lînă în hipoclorit de sodiu şi cîntărirea reziduului insolubil (fibre poliesterice), metoda descrisă la separarea fibrelor proteice de fibre neproteice;

— solubilizarea fibrelor de lînă în hidroxid de potasiu 0,5 *n* şi cîntărirea reziduului insolubil de fibre poliesterice, metodă descrisă la separarea bumbacului de lînă.

Ca pregătire impurităţile se îndepărtează de pe amestecul de fibre prin extracţia probei cu eter de petrol (p.f. 60—80°C), într-un aparat Soxhlet, timp de o oră, cu un minim de 6 sifonări pe oră. Se distilă eterul de petrol, iar proba uscată în aer se extrage în continuare cu apă distilată timp de 2 ore. Proba se usucă la aer şi apoi se taie în fragmente cu lungimea de maximum 5 mm care se omogenizează, se introduc într-o fiolă de cîntărire şi se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C. Se acoperă fiola, se răceşte în exicator timp de 30 minute şi se cîntăreşte. Se continuă uscarea pînă la masă constantă. Se transferă conţinutul într-un vas conic şi se determină masa materialului uscat prin diferenţă.

**Metoda cu nitrobenzen.** Se introduc circa 1 g material fibros uscat, pretratat şi cîntărit cu precizie de 0,0001 g. Se introduce într-un vas conic şi se tratează cu nitrobenzen (modulul de flotă 1 : 50). Se încălzeşte pe baie de ulei, agitînd sub nişă la temperatura de 160—170°C şi se menţine la această temperatură 5 minute. Reziduul se trece într-un creuzet filtrant $1G_2$, adus în prealabil la masă constantă şi se spală cu alcool etilic, pînă nu se mai simte mirosul de nitrobenzen. Se usucă creuzetul filtrant în etuvă la temperatura de (105± 3)°C. Se răceşte în exicator timp de 30 minute, se cîntăreşte, se continuă uscarea pînă la masă constantă şi se determină masa reziduului insolubil.



Scanned with OKEN Scanner

Este necesară o deosebită atenție cînd se lucrează deoarece nitrobenzenul este toxic (se lucrează numai sub nișă).

*Reactivi:* nitrobenzen p.a. (p.f. 201—202°C) și alcool etilic p.a. 96%.

**Metoda cu γ-butirolactonă.** Dizolvarea fibrelor poliesterice cu γ-butirolactonă se face în modul descris la separarea fibrelor poliacrilnitrilice de fibrele celulozice.

**Metoda cu hidroxid de potasiu.** Separarea fibrelor poliesterice de lînă cu hidroxid de potasiu 0,5 n, prin solubilizarea fibrelor de lînă, se efectuează în modul descris la separarea lînii de fibre poliamidice. Este necesar a se acorda mare atenție la menținerea concentrației hidroxidului de potasiu, pentru că fibra poliesterică este foarte sensibilă la variația concentrației hidroxidului de potasiu, iar rezultatul depinde și de timpul de tratare.

**Metoda cu fenol-tetracloretan.** Circa 0,5—1 g din proba uscată și pretratată, cîntărită cu precizie de ±0,0001 g, se tratează într-un vas conic cu amestec de fenol-tetracloretan (modulul de flotă 1 : 40), se încălzesc pe baie de apă, agitînd sub nișe la temperatura de 80°C. Proba se menține la această temperatură timp de 20 minute și reziduul se trece într-un creuzet filtrant $1G_2$, adus în prealabil la masă constantă. Se spală reziduul din creuzet cu alcool etilic, pînă la reacție negativă a fenolului (cu para-nitroanilină diazotată). Creuzetul cu reziduu se usucă în etuvă, la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator și se cîntărește. Se continuă uscarea pînă la masă constantă.

*Reactivi:* soluție fenol-tetracloretan 1 : 1 și alcool etilic p.a. 96%.

*Determinarea cantitativă a fibrelor poliesterice în amestec cu fibre celulozice.*

Pentru separarea cantitativă a fibrelor poliesterice de fibrele celulozice se utilizează metodele:

— solubilizarea fibrelor celulozice (bumbac, viscoză, cupro) în acid sulfuric 75% și cîntărirea reziduului insolubil (fibre celulozice);

— solubilizarea fibrelor poliesterice în nitrobenzen și cîntărirea reziduului insolubil (fibre celulozice), procedîndu-se ca la separarea fibrelor poliesterice de lînă;

— solubilizarea fibrelor poliesterice în γ-butirolactonă și cîntărirea reziduului insolubil (fibre celulozice) ca la separarea fibrelor poliesterice de lînă;

— solubilizarea fibrelor hidratcelulozice prin procedeul modificat (acid formic — clorură de zinc) și cîntărirea reziduului insolubil (fibre poliesterice).



Scanned with OKEN Scanner

Produsele însoțitoare se îndepărtează din probă prin extracție cu eter de petrol (p.f. 60—80°C) într-un aparat Soxhlet, timp de o oră cu un minim de 6 sifonări. Se distilă eterul, iar proba uscată la aer se extrage în continuare cu apă distilată timp de 2 ore. Proba se usucă, se mărunțește în fragmente cu lungime de maximum 5 mm, care se omogenizează; fibrele mărunțite, se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește. Se continuă uscarea pînă la masă constantă. Se trasferă fibrele uscate într-un vas conic și se determină masa materialului textil uscat, prin diferență.

**Metoda cu acid sulfuric.** Se cîntăresc 0,5—1 g material fibros, pretratat și absolut uscat, cu precizie de ±0,0001 g, se introduc într-un flacon conic, se adaugă acid sulfuric în proporție de 200 ml la 1 g de material uscat, se închide vasul cu dop rodat și se agită cu precauție, pentru a umezi cît mai bine materialul cu reactivul. Se menține vasul la temperatura de (50±5)°c timp de o oră, agitîndu-se ușor la intervale de cca 10 minute. Se decantează și se filtrează apoi soluția printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil. Reziduul din vas se spală de două ori cu o cantitate mică de acid sulfuric și apoi se transferă în același creuzet filtrant montat la vasul de trompă. Se aspiră soluția de spălare și se spală din nou reziduul de pe filtru cu o cantitate mică de acid sulfuric.

Se spală reziduul de mai multe ori cu apă distilată rece, apoi de două ori cu soluție de amoniac și din nou cu apă rece. În timpul spălării nu se aplică aspirarea; lichidul de spălare se lasă să treacă comcomplet, datorită gravității, prin creuzetul filtrant. Restul lichidului din reziduul de pe filtru se elimină prin aspirare și se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește la balanța analitică cu o precizie de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

*Reactivi:* acid sulfuric soluție 75% — ρ=1,675 g/ml — (700 ml acid sulfuric concentrat — ρ=1,840 g/ml — se adaugă cu precauție la rece, la 350 ml apă distilată; după răcirea soluției la temperatura de (20±1)°C se aduce la balon cotat de 1 l cu apă distilată); amoniac soluție (80 ml amoniac concentrat — ρ=0,880 g/ml — se diluează cu apă distilată la 1 l); eter de petrol cu interval de distilare între 40°C și 60°C.

Metoda de solubilizare a fibrelor poliesterice cu nitrobenzen sau γ-butirolactonă se efectuează în modul descris la separarea fibrelor poliesterice de lînă.



Scanned with OKEN Scanner

Metoda de solubilizare a fibrelor hidrat celulozice prin procedeul modificat (acid formic+clorură de zinc) se efectuează în modul descris la separarea bumbacului din amestecurile binare cu fibre celulozice regenerate.

## 15. Analiza cantitativă a amestecurilor binare de clorofibre cu fibre naturale şi fibre chimice

Solubilizarea cantitativă a fibrelor policlorvinilice în amestec azeotrop de sulfură de carbon cu acetonă şi cîntărirea reziduului insolubil constituie o metodă care poate fi aplicată amestecurilor binare de fibre policlorvinilice cu lînă, mătase, bumbac, fibre azlon, fibre din celuloză regenerată, fibre poliamidice, poliesterice, poliacrilnitrilice, din sticlă şi cu polimeri ai acetatului de vinil.

Solubilizarea fibrelor policlorvinilice în clorură de metilen şi cîntărirea reziduului insolubil, (lînă, fibre celulozice) este de asemenea una din metode, care însă nu se aplică amestecurilor care conţin fibre de triacetat de celuloză.

Solubilitatea în xilen sau acetonă a fibrelor din policlorură de vinil perclorurată tip *PeCe* şi cîntărirea reziduului insolubil (fibre naturale şi fibre obţinute prin procedee chimice din polimeri înalţi naturali) este o altă metodă care poate fi aplicată şi amestecurilor de policlorură de viniliden cu fibre naturale, fibre viscoză, cupro, acetat, azlon.

Solubilizarea lînii cu hipoclorit de sodiu şi cîntărirea reziduului insolubil (fibre policlorvinilice) se poate efectua în modul descris la separarea lînii de fibre poliamidice, iar solubilizarea fibrelor celulozice în acid formic + clorură de zinc şi cîntărirea reziduului insolubil (fibre policlorvinilice) se aplică în modul arătat la separarea fibrelor bumbac de celofibră.

Solubilizarea fibrelor poliamidice în acid formic şi cîntărirea reziduului insolubil (fibre policlorvinilice) este o metodă identică celei cunoscute la separarea fibrelor poliamidice de fibra de lînă, iar solubilizarea fibrelor poliacrilnitrilice în acid azotic şi cîntărirea reziduului insolubil se efectuează ca la separarea fibrelor poliacrilnitrilice de lînă.

Solubilizarea fibrelor celulozice, proteice, poliamide, acetat, poliester şi acrilic în acid sulfuric concentrat şi cîntărirea reziduului insolubil de clorofibre (pe bază de homopolimeri de clorură de vinil).



Scanned with OKEN Scanner

Ca pregătire, impuritățile naturale și cele provenite din procesul tehnologic se îndepărtează prin extracție cu eter de petrol (p.f. 60—80°C), într-un aparat Soxhlet timp de 2 ore, cu minimum de 6 sifonări pe oră. Se distilă eterul de petrol, iar proba uscată la aer se extrage în continuare cu apă distilată timp de 2 ore. Proba se usucă, se mărunțește în fragmente cu lungimea de maximum 5 mm, se omogenizează, se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C, se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește. Se continuă uscarea pînă la masă constantă. Se transferă conținutul într-un vas conic și se determină masa materialului textil uscat prin diferență.

*Metoda cu amestec azeotrop de sulfură de carbon + acetonă.* Se cîntăresc circa 0,5—1 g material fibros, pretrat și absolut uscat cu precizie de 0,0001 g, se tratează într-un vas conic cu amestec azeotrop de sulfură de carbon și acetonă, în proporție de 100 ml/g probă. Se închide vasul cu un dop și se agită cu un agitator mecanic timp de 20 minute. Se redeschide în acest timp dopul o dată sau de două ori, pentru a elimina presiunea din interior. Se decantează lichidul de deasupra pe un creuzet filtrant $1G_2$, adus în prealabil la masă constantă și se spală reziduul succesiv cu soluțiile: amestec de sulfură de carbon + acetonă, pînă cînd o picătură din soluția filtrată, evaporată pe o sticlă de ceas nu mai lasă un reziduu de polimer; 100 ml alcool etilic; apă distilată. La fiecare adaos din soluțiile indicate se lasă să se scurgă lichidul din creuzet și apoi se adaugă noi porțiuni.

Se usucă creuzetul cu reziduu în etuvă la temperatura de (105±3)°C se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește, se continuă uscarea pînă cînd creuzetul cu reziduu ajunge la masă constantă.

Datorită inflamabilității amestecului de solvenți și a vaporilor săi, este necesar ca această metodă să fie efectuată de persoane calificate.

*Reactivi:* amestec azeotrop de sulfură de carbon și acetonă (55,5 volume sulfură de carbon și 44,5 soluție acetonă); acetona trebuie să distile între 55—57°C, iar sulfura de carbon să nu lase reziduu la evaporare; alcool etilic 90% p.a. și eter de petrol (p.f. 60—80°C).

**Metoda cu clorură de metilen.** Se cîntăresc circa 0,5—1 g material fibros, absolut uscat și pretratat, cu precizie de ±0,0001 g, se tratează într-un vas conic de 500 ml cu clorură de metilen la fierbere, timp de 30 minute pe baie de apă la temperatura de 40—42°C (modulul de flotă 1 : 150). Fierberea se face sub reflux (la vasul co-



Scanned with OKEN Scanner

nic se montează un refrigerent ascendent cu apă). Se adaugă apoi o nouă cantitate de clorură de metilen, se fierbe încă 15 minute, în aceleași condiții, se decantează și se filtrează printr-un creuzet filtrant $1G_2$, adus în prealabil la masă constantă. Reziduul din creuzet se spală succesiv cu soluție: 50 ml clorură de metilen, în două porțiuni; 100 ml alcool etilic, în două porțiuni; apă distilată.

Creuzetul cu reziduu se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește. Se continuă uscarea, pînă la masă constantă.

*Reactivi:* clorură de metilen (p.f. 40—42°C) și alcool etilic 96% p.a.

**Metoda cu xilen sau acetonă.** Se cîntăresc 5—10 g fibre, absolut uscate și pretratate, cu precizie de ±0,0001 g, se introduc într-un cartuș de hîrtie de filtru și apoi în extractorul aparatului Soxhlet, în așa fel încît să nu depășească nivelul sifonului. Se toarnă solventul xilen sau acetonă, în balon. Se fac 12—15 sifonări, după care extracția se consideră terminată. Se scoate cartușul cu proba din extractor și se recuperează solventul prin distilare.

Proba se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute, se cîntărește și se continuă uscarea pînă la masă constantă. Balonul cu reziduu se usucă în etuvă pînă la masă constantă și se obține astfel conținutul de fibre *PeCe* cu fibre acetat. Este necesară saponificarea fibrei acetat în soluție de hidroxid de sodiu 0,5 *n*, la cald, devenind astfel insolubilă în acetonă. La cîntărirea probei saponificate, după extracție, este necesară o corectare a greutății care este mai mică decît cea reală cu cca 50—57%, datorită pierderii grupelor acetil la operația de saponificare. Greutatea găsită se va multiplica cu factorul 1,50.

*Reactivi:* xilen p.a. și acetonă p.a.

**Metoda cu acid sulfuric.** Această metodă este aplicabilă după eliminarea materialelor nefibroase din amestecurile binare de clorofibre, pe bază de homopolimeri de clorură de vinil preclorurată și neclorurată, cu bumbac, celuloză regenerată, acetat, triacetat, poliamide, poliester, acrilice și unele modacrilice.

0,2—0,5 g material fibros, pertratat și absolut uscat, cîntărit cu precizia de ±0,0001 g se introduc într-un flacon conic, se adaugă acid sulfuric concentrat în proporție de 100 ml la 1 g de fibre analizate. Se menține la temperatura camerei timp de 10 min, agitînd cu o baghetă de sticlă. Se decantează și se filtrează apoi soluția printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil. Se adaugă o nou cantitate de acid sulfuric concentrat, se agită și apoi se transferă lichidul și reziduu pe același creuzet filtrant montat la vasul de trompă. Reziduul se spală succesiv cu acid sulfuric 50% și apă



Scanned with OKEN Scanner

distilată, amoniac și din nou cu apă distilată. Se elimină lichidul din creuzet prin aspirare, se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g.

*Reactivi:* acid sulfuric concentrat (ρ=1,84 g/ml); acid sulfuric 50%; amoniac soluție (60 ml soluție amoniac — ρ=0,880 g/ml — se aduce la balon cotat de 1 l cu apă distilată).

## 16. Analiza cantitativă a amestecurilor binare de fibre polipropilenice cu fibre naturale și fibre chimice

Pentru separarea cantitativă a fibrelor polipropilenice din amestecurile binare cu lînă, mătase, celuloză regenerată, acetat, triacetat, poliamide, poliesteri, acrilice și fibre de sticlă se utilizează metodele:

— solubilizarea fibrelor polipropilenice în xilen la fierbere și cîntărirea reziduului insolubil de fibre naturale și chimice;

— solubilizarea fibrelor de lînă în hipoclorit de sodiu soluție 1 m și cîntărirea reziduului insolubil de fibre polipropilenice (metodă descrisă la separarea fibrelor proteice de fibre neproteice);

— solubilizarea fibrelor celulozice naturale și regenerate în soluție de acid sulfuric 75% și cîntărirea reziduului insolubil de fibre polipropilenice (metodă descrisă la separarea fibrelor poliesterice din amestecurile binare cu fibre celulozice).

**Metoda cu xilen.** Această metodă este aplicabilă după eliminarea materialelor nefibroase din amestecurile binare de fibre polipropilenice cu lînă, mătase, bumbac, celuloză regenerată, acetat, triacetat, poliamide, poliester, acrilice și fibre textile din sticlă.

Se cîntăresc 0,2—0,3 g material fibros, pretratat și absolut uscat, cu precizia de ±0,0001 g și se introduc într-un flacon conic la care se adaugă 100 ml xilen la 1 g probă de analizat. Se adaptează un refrigerent cu reflux prevăzut cu dop rodat, se aduce la fierbere și se menține la fierbere timp de 3 minute. Se decantează și se filtrează apoi soluția printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil. Se repetă acest tratament de două ori utilizînd de fiecare dată cîte 50 ml solvent la temperatura de (20±1)°C. Se spală reziduul în vasul conic cu 30 ml xilen la fierbere și de două ori cu 75 ml eter de petrol sub reflux. După cea de a doua spălare cu eter de petrol, se trece reziduul pe creuzetul filtrant cu o cantitate suplimentară de eter de petrol. Se elimină lichidul din creuzet prin aspirare și se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura



Scanned with OKEN Scanner

de 75°C sub vid. Se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g. Toate operațiile cu xilen și eter de petrol se execută numai sub nișă. Creuzetul pe care se decantează xilenul trebuie preîncălzit. După efectuarea operațiilor cu xilen la fierbere flaconul care conține reziduul se răcește înainte de a introduce eterul de petrol.

Reactivi: xilen cu interval de distilare 137—139°C; eter de petrol cu p.f. 40°C—60°C.

## 17. Analiza cantitativă a amestecurilor binare de amiantă de crisotil și crocidolit cu fibre celulozice

Fibrele celulozice naturale și regenerate sînt eliminate din masa deshidratată a amestecului cu amiantă de crisotil și crocidolit prin calcinare la temperatura de (450±10)°C timp de o oră.

Reziduul este cîntărit iar masa reziduului este corectată și exprimată în procente din masa deshidratată a amestecului. Procentul de fibre celulozice se calculează prin diferență.

**Tehnica de lucru.** 3—5 g material fibros absolut uscat la temperatura de (105±3)°C și cîntărit cu precizia de ±0,0001 g se introduc într-un creuzet de platină cu capac, tarat în prealabil. Se introduce într-un cuptor electric și se calcinează la temperatura de (450±10)°C timp de o oră. Creuzetul cu reziduu se menține timp de 2 ore într-un exicator cu silicagel autoindicatoare și se cîntărește la balanța analitică, determinîndu-se astfel masa reziduului.

Calculul și exprimarea rezultatului se face în modul indicat la pct. 3. Valoarea lui *d* este 0,975.

*Aparatură:* cuptor de calcinare cu control automat al temperaturii; creuzet de platină.

## 18. Analiza cantitativă a amestecurilor binare de fibre celulozice cu cauciuc

În practică, acest amestec poate fi găsit sub formă de doc gumat, utilizat la confecționarea materialelor de protecție impermeabile, ca inserție la confecționarea latexurilor pentru costume de baie sau a elasticelor.



Scanned with OKEN Scanner

**Tehnica de lucru.** 0,5—1 g material fibros, mărunțit, astfel încît să se obțină fibre cu lungimea de maximum 10 mm, absolut uscate la temperatura de 75°C, în etuvă cu vid, se introduce într-un vas conic, la care se adaugă acid sulfuric în proporție de 150 ml la 1 g de material uscat. Se închide vasul cu dopul rodat și se agită cu precauție pentru a umezi cît mai bine proba. Se menține vasul la temperatura de 55°C, timp de o oră, agitînd. Se decantează și se filtrează apoi soluția printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil. Reziduul din vas se spală cu 50 ml acid sulfuric și apoi se transferă în același creuzet filtrant montat la vasul de trompă. Se aspiră soluția de spălare și se spală din nou, reziduul de pe filtru cu o cantitate suplimentară de acid sulfuric. Se spală în continuare cu apă distilată rece. Restul lichidului din reziduul de pe filtru se elimină prin aspirare și se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduu la temperatura de 75°C în etuvă cu vid. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de $\pm 0{,}0001$ g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

## 19. Analiza cantitativă a amestecurilor binare de fibre sintetice

**Determinarea cantitativă a fibrelor poliesterice din amestecurile cu fibre acrilice.** Această determinare se execută prin solubilizarea fibrelor acrilice în dimetilformamidă la temperatura de 90—95°C, metodă descrisă la separarea fibrelor acrilice de fibre proteice și celulozice.

Pentru fibrele poliesterice se aplică un factor de corecție $d=1{,}02$.

**Determinarea cantitativă a fibrelor poliamidice (6 și 6.6) din amestecurile binare cu fibre poliesterice, clorofibre sau polipropilenice.** Această determinare se execută prin dizolvarea fibrelor poliamidice (6, 6.6) în acid formic 80% — tehnică de lucru descrisă la separarea fibrelor poliamidice din amestecurile binare cu fibre proteice sau celulozice.

**Determinarea cantitativă a amestecurilor binare de fibre acrilice sau modacrilice cu fibre poliamidice (6, 6.6. și 11).** Aceasta se execută prin solubilizarea fibrelor acrilice în dimetilformamidă la temperatura de 90—95°C timp de o oră metodă descrisă la separarea fibrelor acrilice de fibre proteice și celulozice. Pentru fibrele poliamidice se aplică un factor de corecție $d=1{,}01$.

Scanned with OKEN Scanner

## 20. Tehnici generale de separare a amestecurilor binare de fibre

În practică există posibilitatea să se efectueze un mare număr de combinații binare care nu au putut fi cuprinse în întregime în capitolul „Analiza cantitativă a amestecurilor binare de fibre".

Se vor da scheme generale de separare care cuprind metodele obișnuite de determinare cantitativă a amestecurilor binare ce pot fi admise ca linii de conduită.

În tabelul 10 se dau denumirile fibrelor care alcătuiesc în mod obișnuit amestecurile și prescurtările respective necesare pentru întocmirea tabelelor ulterioare.

În tabelul 11 se indică observații generale asupra celor cinci metode cantitative de separare a amestecurilor binare de fibre, care pot fi utilizate, principiul metodei de examinare cît și comportarea la dizolvare a diferitelor grupe de materiale fibroase.

În tabelul 12, pe verticală și pe orizontală, se află diferite componente, în așa fel așezate, încît să dea posibilitatea să se formeze amestecuri binare de fibre pentru care se indică metodele de separare cantitativă prin cifrele 1—5 (metode indicate în tabelul 11).

În tabelul 12 sînt date 18 fibre pe verticală și 18 fibre pe orizontală, care permit să se formeze 153 amestecuri binare. Nu toate amestecurile posibile prezintă însemnătate practică. Cifrele situate la jumătatea superioară a pătratului indică procedeul prin care se dizolvă fibrele situate pe orizontală, cifrele situate în jumătatea inferioară a pătratului indică procedeul de dizolvare a fibrei din coloana verticală.

Pătratele goale arată că pentru amestecul respectiv nu este posibilă separarea cantitativă cu procedele elaborate pînă în prezent.

Din cele 153 amestecuri posibile, cu 18 feluri de fibre se pot analiza 133 (87%). În 32 de cazuri, se poate dizolva una sau cealaltă componentă.

Într-un mare număr de amestecuri (71) sînt mai multe metode de dizolvare pentru o componentă. La 48 amestecuri este o singură metodă de separare a amestecului. Cele 20 de pătrate, pentru care nu se indică procedee de separare, se referă la amestecuri de însemnătate practică mai mică.

În tabelul 13 sînt date cele 9 procedee I.S.O. de separare cantitativă a fibrelor preconizate de I.S.O. Din reprezentarea schematică (din tabelul 14) reiese că din cele 66 posibilități de amestecuri



Scanned with OKEN Scanner

binare, care se pot forma cu 12 tipuri de fibre, s-au putut analiza cu cele 9 procedee preconizate de I.S.O. numai 56, deci 87%. În 8 cazuri sînt date metode de dizolvare pentru ambele componente, iar restul de 48 amestecuri, posibilitatea de dizolvare este limitată numai la una din cele două componente ale amestecului.

## 21. Analiza cantitativă a amestecurilor ternare de fibre

Metodele de analiză cantitativă utilizate pentru separarea fibrelor din amestecurile ternare se bazează pe două procedee: separarea chimică și separarea mecanică.

Procedeele de separare mecanică uneori poate da rezultate mai precise decît separarea chimică. Separarea mecanică se poate aplica numai la probele ale căror fibre componente nu formează un amestec intim cum este cazul țesăturilor la care urzeala se compune din fibre de natură diferită din cele care constituie bătătura. Procedeele de analiză chimică cantitativă a amestecurilor ternare de fibre, se bazează în general pe solubilitatea selectivă a componenților individuali ai amestecului. Bazați pe tehnica generală de lucru prezentată se aplică metodele de solubilizare indicate la amestecurile binare de fibre. Amestecurile de fibre utilizate pentru fabricarea produselor textile conțin produse însoțitoare naturale (ceruri, grăsimi, hemiceluloze) cît și produse provenite din procesul tehnologic (oligomeri, produse auxiliare de finisare superioară, uleiaje) care trebuie eliminate înainte de efectuarea separării cantitative a componentelor. Coloranții prezenți pe fibrele vopsite sînt considerați ca făcînd parte integrantă din fibră și nu sînt eliminați. Determinarea cantitativă a amestecurilor ternare de fibre se efectuează pe bază de masă deshidratată. Rezultatele sînt exprimate fie prin raportare la masă absolut uscată, fie prin raportare la masă, corectată cu greutatea umidității. Prin utilizarea unor dizolvanți componenta insolubilă a amestecului poate fi parțial solubilizată de reactivul utilizat pentru dizolvarea componentei solubile. În cazul cînd sînt pierderi de masă în timpul analizei este necesar a se corija rezultatul prin factor de corecție. Acești factori de corecție sînt determinați de diferite laboratoare oficializate. Acești factori de corecție nu se aplică decît la fibrele normale. În cazul utilizării variantei în care o fibră este supusă acțiunii succesive a doi solvenți diferiți, este necesar să se aplice factor de corecție ținînd cont de eventualele pierderi de

Scanned with OKEN Scanner

*Tabelul 10*

**Denumirea prescurtată a fibrelor textile**

| Tipul fibrei | | Denumirea clasei de fibre (prescurtat) | |
|---|---|---|---|
| Fibre naturale | Fibre celulozice naturale (CN) | Bumbac | *B* |
| | | In | *In* |
| | | Cînepă | *C* |
| | | Ramie | *Ra* |
| | | Iută | *It* |
| | Fibre proteice (PN) | Lînă | *L* |
| | | Mătase domestică | *Mn* |
| | | Mătase tussah | *Mth* |
| | Celuloză regenerată | Viscoză | *Vi* |
| | | Cupru | *Cu* |
| | Esteri celulozici | Acetat 2 1/2 | *Ac* |
| | | Triacetat | *Ta* |
| | Proteice regenerate | Animale (cazeinice) | *Pr* |
| | | Vegetale | *Ve* |
| Fibre obţinute prin procedee chimice | Metalice | | *Mt* |
| | Poliesterice | | *PE* |
| | Poliamidice | | *PA* |
| | Poliamidice 6 | | *PA 6* |
| | Poliamidice 6,6 | | *PA 6,6* |
| | Poliamidice 11 | | *PA 11* |
| | Poliuretanice | | *PU* |
| | Policlorvinilice | | *PVC* |
| | Policlorvinilidenice | | *PVD* |
| | Polivinilalcoolice | | *PVA* |
| | Polivinilacetat | | *PVAc* |
| | Poliacrilnitrilice | | *PAN* |
| | Poliolefine | | *PO* |
| | Politetrafluoretenice | | *PF* |
| | Copolimerizate | | *PCO* |
| | Polisilicaţi | | *PS* |



Scanned with OKEN Scanner

masă suferite de fibre pe parcursul tratamentelor. Metodele de pretratament și calcul a rezultatelor sînt date la punctele 3 și 2. Se dau mai jos principii generale de separare a amestecurilor mai des întîlnite.

*Tabelul 11*

**Metode cantitative de separare a amestecurilor binare de fibre**

| Denmirea procedeului | Modul de lucru | Comportarea fibrelor | |
|---|---|---|---|
| | | se dizolvă complet | nu se dizolvă |
| Nr. 1 Metoda cu hidroxid de potasiu 0,5 *n* | Se fierbe 10 minute la un raport de flotă 1 : 50 KOH 0,5 *n* | *PN* *L* *Mn* | *CN, B, Ra* *Cel. reg: Vi, Cu* *PE, PA, Pu, PVC* *PVD, PVA, PVAc* *PAN, PO, PF* |
| Nr. 2 Metoda cu acid formic și clorură de zinc | Se tratează 2 ore la un raport de flotă 1 : 100 acid formic 85% și clorură de zinc raport (68 : 20) | *Mn* *Cel, reg,* *Vi, Cu* *Ac, Ta, $PA_6$,* *$PA_{66}$* *PU, PVAc, PVA* | *CN : B, Ra* *AN, L, PE, PVC* *P.V.O, PCO* (dynel) |
| Nr. 3 Metoda cu nitrobenzen | Se tratează 5 minute laun raport de flotă 1 : 50 cu nitrobenzen la 160—170°C | *Ac, Ta, PE, $PA_{11}$* *PVC PVD* *PCO* (dynel) | *CN: B, Ra* *PN : L, Mn, Th* *Cel, reg: Vi, Cu* *Pr, $PA_6$, $PA_{66}$* *PVA PN, PO* |
| Nr. 4 Metoda cu acid azotic | Se tratează 15 minute la temperatura camerei cu acid azotic 65%, raport de flotă 1 : 50 | *Mn, Ac* *Ta, $PA_6$* *$PA_{66}$, PVA, PAN* | *CN : B, Ra* *PN, Pr* *PE, PVC, PVD* *PV, PCO* (dynel) |
| Nr. 5 Metoda cu dioxan | Se tratează 3 minute cu dioxan la 95°C, raport de flotă 1 : 100 | *Ac, Ta* *PVC, PVCcu* *PVD* | *CN : B, Ra* *PN : L, Mn, Th* *Cel. reg: Vi, Cu* *Pr, PE, PA* *PVA, PO, PAN* *PCO* (dynel) |



Scanned with OKEN Scanner

*Tabelul 12*

**Schemă generală de determinare cantitativă a amestecurilor binare de fibre**

| Tipul fibrei | Dynel | Poliolefinice | Poliacrilnitrilice | Polivinilacetat | Polivinilidencloridice | PVC Perclorurat și neclorurat | Poliamidice 11 | Poliamidice 6,66 | Poliesterice | Fibre azlon | Triacetat | Acetat 2 1/2 | Viscoză și cupro | Mătase Tussah | Mătase domestică | Lînă | Ramie albită | Bumbac |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Bumbac | 3 | | 4 | 24 | 35 | 35 | 3 | 24 | 3 | | 2 345 | 2 345 | 2 | 2 | 124 | 1 | | |
| Ramie albită | 3 | | 4 | 24 | 35 | 35 | 3 | 24 | 3 | | 2 345 | 2 343 | 2 | 2 | 124 | 1 | | |
| Lînă | 3 | | 4 | 24 | 35 | 35 | 3 | 24 | 3 | | 2 345 | 2 345 | 2 | 2 | 24 | | | |
| | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | | | | 1 | | | | | |
| Mătase domestică | 3 | | | | 35 | 35 | 3 | | 3 | | 35 | 35 | | | | | | |
| | 124 | 14 | 12 | 1 | 124 | 124 | 1 | 1 | 124 | 4 | | | 14 | | | | | |
| Mătase tussah | 2 | | | | 35 | 35 | 3 | | 3 | | 35 | 35 | | | | | | |
| | 2 | 2 | | | 2 | 2 | | | 2 | | | | | | | | | |
| Viscoză și cupro | 3 | | 4 | 4 | 35 | 35 | 3 | 4 | 3 | | 345 | 345 | | | | | | |
| | 2 | 2 | 2 | | 2 | 2 | | | 2 | | | | | | | | | |
| Acetat 2 1/2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | 245 | 2 345 | 235 | 35 | 24 | 24 | 5 | 35 | 245 | 345 | | | | | | | | |

Scanned with OKEN Scanner

| | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Triacetat | 245 | 2 345 | 235 | 35 | 24 | 24 | 5 | 35 | 245 | 345 |
| Fibre azlon | 3 | | 4 | 4 | 35 | 35 | 3 | 4 | 3 | |
| Poliesterice | | 3 | 4<br>3 | 24<br>3 | 5 | 5 | | 24<br>3 | | |
| Poliamidice 6 și 66 | 3<br>24 | 24 | 2 | | 35<br>24 | 35<br>24 | 3 | | | |
| Poliamidice 11 | | 3 | 3 | 3 | | | | | | |
| PVC Perclorurat și neclorurat | 5 | 35 | 4<br>35 | 24<br>35 | | | | | | |
| Polivinilidencloridice | 5 | 35 | 4<br>35 | 24<br>35 | | | | | | |
| Polivinilacetat | 3<br>24 | 24 | 2 | | | | | | | |
| Acrilice | 3<br>4 | 4 | | | | | | | | |
| Poliolefinice | 3 | | | | | | | | | |
| Dynel | | | | | | | | | | |



Scanned with OKEN Scanner

*Tabelul 13*

**Metode cantitative de separare a amestecurilor binare preconizate de I.S.O.**

| Scopul determinării | Modul de lucru | Fibra care nu se dizolvă |
|---|---|---|
| 1. Separarea fibrelor acetat 2 1/2 de alte fibre | Acetonă tratare timp de 1 oră | *B, I, Mn Vi, Cu Pr, PA, PE, PNA, PS* |
| 2. Separarea fibrelor proteie de alte fibre | Se tratează la temperatura camerei timp de 30 min cu NaOCl, 0,9 *M*—1,1 *M* | *B, Vi, Cu PA, PE, PNA, PVC PS* |
| 3. Separarea fibrelor viscoză și cupru (*Vi* și *Cu*) de bumbac | Se tratează la temperatura (20±1)°C timp de 20 min cu zincat de sodiu — agitare mecanică | *B* dacă fluiditatea nu este mai mare de 14 |
| 4. Separarea fibrelor poliamide ($PA_6$ și $PA_{66}$) de alte fibre | Se tratează la temperatura camerei timp de 15 min cu acid formic 80% (se agită) | *B, I, Vi, Cu, PE, PS* |
| 5. Separarea clorofibrelor (perclorurate și necloruRate) de alte fibre | Se tratează la temperatura camerei, timp de 20 min, cu amestec de acetonă și sulfură de carbon (44,5 : 55,5 vol%) Raport de flotă 1 : 100 | *B, I, Mn, Vi, Cu, PA, PE, PNA, PS* |
| 6. Separarea fibrelor triacetat de alte fibre | Se extrage de două ori la temperatura camerei timp de 30 minute cu clorură de metilen | *B, L, Vi, Cu, Pr, PA, PE, PAN, PS* |
| 7. Separarea fibrelor acetat 2 1/2 de triacetat | Se extrage la temperatura camerei, timp de 1 oră, cu acetonă 70% | |
| 8. Separarea fibrelor acetat 2 1/2 de clorofibre | Se tratează la temperatura camerei, timp de 20 min, cu acid acetic glacial | *PVC* |
| 9. Separarea fibrelor acrilice și modacrilice de alte fibre (fărăcoloranți metal complecși) | Se tratează 1 oră la temperatura de 90—95°C cu dimetilformamidă, Raport de flotă 1 : 80 | *B, L, Mn. Vi, Cu, PA, PE, PS* |

## 21.1. Analiza cantitativă a amestecurilor ternare de fibre proteice naturale cu fibre chimice celulozice și fibre de bumbac

Se îndepărtează impuritățile naturale și cele provenite din procesul tehnologic prin extracție cu eter de petrol în apartul Soxhlet, timp



Scanned with OKEN Scanner

*Tabelul 14*

**Schemă generală de determinare cantitativă a amestecurilor binare de fibre prin procedee ISO**

| | Sticlă | Poliacrilnitrilice | PVC | Poliamidice 6 și 66 | Poliesterice | Azlon | Triacetat | Acetat 2 1/2 | Viscoză și cupro | Mătase | Lînă | Bumbac |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Bumbac | — | 9 | 5 | 4 | — | 2 | 6 | 1 | 3 | 2 | 2 | — |
| Lînă | 2 | 9 | 5 | 4 | 2 | — | 6 | 1 | 2 | — | | |
| Mătase | 2 | 9 | 5 | — | 2 | — | — | — | 2 | | | |
| Viscoză și cupro | — | 9 | 5 | 4 | — | 2 | 6 | 1 | | | | |
| Acetat 2 1/2 | 1 | 1 | 8 | 1 | 1 | 1 | 7 | | | | | |
| Triacetat | 6 | 6 | — | 6 | 6 | 6 | | | | | | |
| Fibre azlon | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | | | | | | | |
| Poliesterice | — | 9 | 5 | 4 | | | | | | | | |
| Poliamidice 6 și 66 | — | 9 | 5 | | | | | | | | | |
| PVC | 5 | 5 | | | | | | | | | | |
| Poliacrilnitrilice | | | | | | | | | | | | |
| Sticla | | | | | | | | | | | | |

Scanned with OKEN Scanner

de o oră, cu o viteză de minimum 6 sifonări pe o oră. După evaporarea eterului de petrol din probă se continuă extracția cu apă în modul indicat la amestecurile binare. După eliminarea excesului de apă din probă prin presare și centrifugare proba mărunțită se introduce într-o fiolă de cîntărire descoperită și cu capacul alături în etuvă și se usucă la temperatura de (105±3)°C. După uscare, se acoperă fiola cu capacul, se scoate din etuvă și se introduce în exicator, unde se lasă să se răcească timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g. Se transferă conținutul fiolei de cîntărire în vasul conic cu dop rodat și se cîntărește fiola din nou. Se adaugă soluția de hipoclorit de sodiu în proporție de 100 $cm^3$ la 1 g de material uscat, se închide vasul cu dopul rodat și se agită periodic timp de 30 minute, la temperatura de (20±1)°C. Se decantează soluția printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil și se reține fibrele. Se repetă această operație utilizînd o cantitate suplimentară de hipoclorit de sodiu, apoi reziduul se trece cantitativ pe creuzetul filtrant montat la vasul de trompă. Se spală reziduul din creuzet cu apă, apoi cu o soluție de acid acetic și din nou cu apă. Restul de lichid din reziduul de pe filtru se elimină prin aspirare. Se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g.

Pentru determinarea fibrelor chimice pe bază de celuloză (viscoză, cupro, modal) și a conținutului de bumbac se transferă reziduul obținut într-un vas conic cu dop rodat. Diferența reprezintă masa reziduului uscat luat pentru determinare. Se adaugă soluție de zincat de sodiu, în proporție de 150 $cm^3$ pentru 1 g de material luat pentru determinare și se astupă vasul cu dopul rodat. Se agită cu agitatorul mecanic timp de 20 minute, la temperatura de 20—22°C. Se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant tarat în prealabil. Reziduul din vasul conic se spală cu 100 $cm^3$ amoniac soluție, se trece pe creuzetul filtrant montat la vasul de trompă și se spală cu apă distilată, cu soluție acid acetic și din nou cu apă distilată. După fiecare adaos de lichid se așteaptă scurgerea acestuia prin gravitate și apoi se aplică aspirarea. Se elimină lichidul din creuzet prin aspirare și se usucă creuzetul cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g.

Calculul și exprimarea rezultatelor se efectuează în modul indicat la pct. 3. În cazul bumbacului crud, valoarea lui $d$=1,03, reprezintă pierderea de masă.

*Reactivi:* hipoclorit de sodiu cu un conținut de 33—37 g clor activ la litru și o alcalinitate (NaOH) de 5 g/l; acid acetic soluție 6 g/l



Scanned with OKEN Scanner

și 5%; soluție zincat de sodiu (360 g hidroxid de sodiu se dizolvă în 400 $cm^3$ apă distilată și se adaugă treptat sub agitare continuă 160 g oxid de zinc. Se încălzește soluția pînă la fierbere, apoi se răcește, se adaugă 400 $cm^3$ apă distilată, se agită, se răcește la temperatura camerei și se aduce la balon cotat de 1 000 $cm^3$ cu apă distilată. Se filtrează soluția printr-un creuzet filtrant $1G_4$. Înainte de utilizare se prepară o soluție de 1 : 2 zincat de sodiu în apă și se agită puternic. Această soluție poate fi folosită cel mult 24 de ore de la preparare); amoniac soluție (100 $cm^3$ amoniac — $\rho$=0,880 g/ml — se diluetză cu 400 $cm^3$ apă distilată); eter de petrol.

## 21.2. Analiza cantitativă a amestecurilor ternare de lînă cu fibre celulozice și fibre sintetice

Pentru separarea cantitativă a lînii și fibrelor celulozice din amestecurile ternare cu fibre sintetice (poliamidice, poliesterice, acrilice) după îndepărtarea impurităților naturale și a celor provenite din procesul tehnologic, uscarea pînă la masă constantă, se îndepărtează în primul rînd lîna prin solubilizarea acestei în soluție de hipoclorit de sodiu 0,9—1,1 *M* la temperatura de (20±2)°C, prin agitare timp de 30 minute.

În continuare se aplică metode în funcție de natura componentelor rămase în reziduul insolubil, tehnici de separare care se dau mai jos.

*Determinarea conținutului de fibre celulozice (bumbac, viscoză, cupro) din amestecurile ternare cu lînă și fibre poliesterice*

Reziduul obținut după solubilizarea lînii, absolut uscat, se transferă într-un vas conic cu dop rodat și se determină prin diferență masa reziduului insolubil. Se adaugă acid sulfuric în proporție de 100 $cm^3$ la 1 g de probă, apoi se astupă vasul cu dopul rodat. Conținutul din vas se încălzește pe baie de apă, menținînd vasul la temperatura de (50±5)°C timp de o oră și agitîndu-l din 10 în 10 minute. Soluția obținută se filtrează printr-un creuzet filtrant adus la masă constantă. Reziduul se spală cu 200 $cm^3$ acid sulfuric în trei porțiuni, la rece și se transferă în creuzetul filtrant tarat în prealabil, montat la vasul de trompă. Se efectuează spălări succesive cu apă distilată și amoniac soluție (40—50 $cm^3$), în două porțiuni și din nou cu apă distilată, pînă la dispariția reacției alcaline în prezența fenolftaleinei. Se usucă creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute, apoi se cîntărește cu precizia de ±0,0001 g.



Scanned with OKEN Scanner

*Reactivi:* acid sulfuric 75% — $\rho$=1,675 — (700 $cm^3$ acid sulfuric — $\rho$=1,84 — se adaugă la 330 $cm^3$ apă distilată și se aduce la balon cotat de 1 000 ml cu apă distilată); amoniac soluție (80 ml amoniac — $\rho$=0,880 — se diluează cu apă distilată la 1 litru).

*Determinarea conținutului de fibre poliamidice din amestecurile ternare cu lînă și fibre celulozice (bumbac, viscoză, cupro, modal)*

Reziduul obținut după solubilizarea lînii cu hipoclorit de sodiu 0,9—1*M*, absolut uscat, se transferă într-un vas conic cu dop rodat și se determină prin diferență masa reziduului insolubil absolut uscat. Se adaugă acid formic în proporție de 100 $cm^3$ la 1 g de probă (material) și se agită timp de 15 minute, la temperatura camerei. Soluția obținută se decantează printr-un creuzet filtrant, adus la masă constantă în prealabil, iar reziduul se trece pe filtru cu o cantitate suplimentară de acid formic.

Spălarea reziduului se face la vid cu soluțiile:

— 50 $cm^3$ acid formic 80% apoi cu cca 300 $cm^3$ apă distilată adusă la fierbere;

— 50 $cm^3$ soluție amoniac și apoi 300 $cm^3$ apă distilată, adusă la fierbere;

— 50 $cm^3$ apă distilată rece și 100 $cm^3$ alcool etilic.

Se usucă creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g.

*Reactivi:* acid formic 80%; amoniac soluție (80 $cm^3$ amoniac — $\rho$=0,880 — se diluează cu apă distilată la 1 $dm^3$); alcool etilic 96% vol.

*Determinarea conținutului de fibre acrilice din amestecuri ternare cu lînă și fibre celulozice*

Lîna se îndepărtează din amestecurile ternare cu fibre acrilice și fibre celulozice prin solubilizare în soluție de hipoclorit de sodiu 1*M*. Reziduul insolubil de fibre celulozice și fibre acrilice, absolut uscate, la temperatura de (105±3)°C se transferă într-un vas conic cu dop rodat și se cîntărește din nou creuzetul filtrant. Diferența reprezintă masa reziduului filtrat luat pentru determinare. Se adaugă dimetilformamidă în proporție de 80 $cm^3$ pentru 1 g de probă. Se acoperă vasul și se trece pe baia de apă unde conținutul se menține la temperatura de 90—95°C timp de o oră, agitîndu-l la intervale de cca 5 minute. Soluția obținută se decantează pe un



Scanned with OKEN Scanner

creuzet filtrant. Reziduul se spală de două ori cu 30 $cm^3$ dimetilformamidă și se transferă cu ajutorul unei cantități suplimentare de dimetilformamidă în creuzetul filtrant montat la vasul de trompă. Se spală apoi cu 240 $cm^3$ apă distilată, în trei porțiuni de cîte 80 $cm^3$. Se usucă creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute, apoi se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g.

Calculul și exprimarea rezultatelor se face în modul indicat la pct 3. Valoarea lui *d* pentru bumbacul crud este de 1,03.

*Reactivi:* dimetilformamidă cu interval de distilare între 152°C și 154°C.

## 21.3. Analiza cantitativă a amestecurilor ternare de lînă cu fibre poliesterice și fibre acrilice

După îndepărtarea impurităților naturale și a celor provenite din procesul tehnologic, se elimină fibrele de lînă prin dizolvare în soluție de hipoclorit de sodiu 0,9—1,1 *M.*, iar fibrele acrilice prin dizolvare în dimetilformamidă. Se cîntărește de fiecare dată reziduul insolubil, iar proporția componentei solubile se calculează prin diferență.

0,3—0,5 g material fibros pretratat și absolut uscat la temperatura de (105±3)°C cîntărit cu precizie de ±0,0001 g se introduce într-un vas conic cu dop rodat și se adaugă soluție de hipoclorit de sodiu în proporție de 100 $cm^3$ la 1 g de material uscat. Se închide vasul cu dopul rodat, se agită timp de 30 minute la temperatura de (20±1)°C. Se decantează soluția printr-un creuzet filtrant tarat în prealabil și se reține fibrele. Se repetă această operație utilizînd o cantitate suplimentară de hipoclorit de sodiu, apoi reziduul se trece cantitativ pe creuzetul filtrant montat la vasul de trompă. Se spală reziduul din creuzet cu apă, apoi cu soluție de acid acetic și din nou cu apă. Restul de lichid din reziduul de pe filtru se elimină prin aspirare. Se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g.

Reziduul obținut se transferă într-un vas conic cu dop rodat și se cîntărește din nou creuzetul. Diferența reprezintă masa reziduului uscat luat pentru determinare. Se adaugă dimetilformamidă în proporție de 80 $cm^3$ pentru 1 g de material fibros luat pentru determinare și se astupă vasul cu dopul rodat. Se menține vasul timp de



Scanned with OKEN Scanner

o oră pe baie de apă la temperatura de 90—95°C, se agită uşor la intervale de 10 minute. Se decantează soluţia printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil. Se adaugă din nou 60 $cm^3$ dimetilformamidă în vas şi se menţine pe baie de apă timp de 30 minute la temperatura de 90—95°C. Se decantează soluţia printr-un creuzet filtrant montat la vasul de trompă. Reziduul din vas se trece cantitativ pe creuzet şi se spală cu apă distilată în două porţiuni de cîte 100 $cm^3$. Restul lichidului din reziduul de pe creuzetul filtrant se elimină prin aspirare şi se usucă apoi creuzetul filtrant cu reziduu la temperatura de (105±3)°C pînă la masă constantă. Se răceşte în exicator timp de 30 minute apoi se cîntăreşte cu precizie de ±0,0001 g.

*Reactivi:* dimetilformamidă, cu interval de distilare între 152°C şi 154°C; hipoclorit de sodiu 1 *M* cu adaos de hidroxid de sodiu în proporţie de 5 g/l (soluţia va fi verificată iodometric şi va fi folosită în interval de concentraţii 0,9 *m* . . . 1,1 *m*); acid acetic soluţie (5 $cm^3$ acid acetic glacial se diluează la 1 000 $cm^3$ cu apă); eter de petrol cu interval de distilare între 60°C şi 80°C.

## 21.4. Analiza cantitativă a amestecurilor ternare de fibre celulozice naturale cu fibre chimice celulozice şi fibre sintetice

În cazul amestecurilor de bumbac cu fibre celulozice regenerate (viscoză, cupro, modal) şi fibre sintetice (poliamidice, poliesterice sau acrilice) se aplică următoarea tehnică de lucru:

**Tehnica de lucru:** materialul fibros pretratat şi absolut uscat se tratează cu clorură de zinc şi acid formic (pentru solubilizarea fibrelor celulozice regenerate), iar reziduul rămas se tratează cu dimetilformamidă pentru solubilizarea fibrelor acrilice, cu acid formic 80% pentru solubilizarea fibrelor poliamidice şi cîntărirea reziduului insolubil de bumbac.

În cazul amestecurilor ternare de bumbac, fibre celulozice regenerate şi fibre poliesterice se procedează astfel: o probă se tratează cu acid sulfuric 75% pentru solubilizarea fibrelor de bumbac şi celulozice regenerate, avînd ca reziduu insolubile fibrele poliesterice şi pe a doua probă se dizolvă fibrele celulozice regenerate cu soluţie de zincat de sodiu şi se obţine ca reziduu insolubil fibrele de bumbac şi fibrele poliesterice. Astfel se obţine, prin aplicarea modului de calcul pentru amestecurile ternare de la pct 3, compoziţia procentuală a fiecărei fibre componente a probei de analizat. Tehnicile de lucru sînt date la amestecurile binare de fibre respective.



Scanned with OKEN Scanner

## 21.5. Analiza cantitativă a amestecurilor ternare de fibre poliamidice cu fibre acrilice și fibre poliesterice

Se îndepărtează produsele însoțitoare prin extracția succesivă a mostrei de analizat cu eter de petrol și apă distilată. Se mărunțește, se usucă la temperatura de (105±3)°C pînă la masă constantă. Conținutul de fibre poliamidice se determină prin dizolvare în acid formic 80% după procedeul descris la separarea fibrelor poliamidice din amestecurile binare cu alte fibre. Reziduul insolubil obținut se tratează în continuare cu dimetilformamidă după procedeul descris la separarea fibrelor acrilice din amestecurile binare cu alte fibre. Cantitatea de fibre poliesterice este dată prin diferență.

Calculul și exprimarea rezultatelor se face în modul indicat la pct. 3.

## 21.6. Analiza cantitativă a amestecurilor ternare de clorofibre cu fibre proteice naturale și fibre celulozice

În cazul amestecurilor ternare de clorofibre cu lînă și bumbac se aplică următoarele metodologie:

Materialul fibros, pretratat și absolut uscat, se tratează cu soluție de hipoclorit de sodiu (soluție 1 *M*), pentru eliminarea fibrelor de lînă. Reziduul insolubil rămas se tratează în continuare cu un amestec azeotrop de sulfură de carbon și acetonă (55,5 ml sulfură de carbon + 44,5 ml acetonă) timp de 20 minute, prin metoda indicată la separarea clorofibrelor din amestecurile binare cu alte fibre.

Calculul și exprimarea rezultatelor se face în modul indicat la pct. 3.

## 21.7. Analiza cantitativă a amestecurilor ternare de fibre azbest, fibre de sticlă și fibre organice

La amestecurile formate din fibre de azbest, sticlă și fibre organice se aplică procedeul de dublă calcinare. Pentru aceasta se calcinează 1—2 g mostră de analizat într-un creuzet de platină, adus în prealabil la masă constantă, timp de o oră la temperatura de 500°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute, se cîntărește și se determină astfel pierderea $Gv_1$. Apoi se calcinează proba obținută la temperatura de 900°C, timp de o oră și se determină noua pierdere $Gv_2$.



Scanned with OKEN Scanner

Pierderea la calcinare, la temperatura de 500°C, timp de o oră, a fibrelor componente este:

azbest=2,6%; fibre de sticlă=0,3%; fibre organice=99%.

Din cele două pierderi obținute ($Gv_1$ și $Gv_2$) se poate calcula compoziția amestecului astfel:

$$\textit{Fibre organice, \%} = \frac{1{,}46Gv_1 - 0{,}23Gv_2 - 0{,}31}{1{,}155};$$

$$\textit{Fibre de azbest, \%} = \frac{9{,}876Gv_2 - 9{,}65Gv_1 - 1{,}98}{1{,}155};$$

$$\textit{Fibre de sticlă, \%} = \frac{8{,}45Gv_1 - 9{,}64Gv_2 + 117{,}8}{1{,}155}.$$

## 22. Analiza cantitativă a amestecurilor din mai mult de trei componente

Se ia cîte o serie de 2—4 probe, pentru fiecare fel de fibră și se dizolvă clasa respectivă în solventul potrivit. Operația se reduce la cazul separării fibrei dintr-un amestec de două componente, unde un component este fibra care se separă, iar a doua componentă este grupul de fibre care nu se dizolvă în reactiv.

Scanned with OKEN Scanner

Capitolul IV

# Determinarea indicatorilor valorii de utilizare a materialelor textile

Valoarea de utilizare, care exprimă aptitudinea practică a materialelor textile pentru anumite scopuri, se stabileşte prin determinarea unor caracteristici care reflectă modul de comportare în anumite condiţii de întrebuinţare. În cadrul acestor determinări se folosesc:

— analize pentru controlul curent al producţiei, pentru verificări interfazice;

— analize pentru controlul livrărilor fie spre comerţ, fie spre alte unităţi producătoare;

— analize pentru stabilirea şi controlul parametrilor care condiţionează durabilitatea şi valoarea de utilizare.

În sens mai larg, noţiunea de valoare de utilizare se extinde asupra durabilităţii proprietăţilor de bază şi asupra stabilirii celei mai bune utilizări.

Valoarea de utilizare este condiţionată de structura şi proprietăţile fibrelor, de produse auxiliare aplicate în diferitele faze de fabricaţie şi de procesul tehnologic.

Pentru evaluarea valorii de utilizare se analizează: capacitatea de impurificare, gradul de alb şi stabilitatea lui, gradul de alb optic (fluorescent), capacitatea de remisie şi reflexie, modificarea dimensiunilor la umezire, călcare, spălare, climă caldă şi umedă, curăţire chimică, stabilitatea la acţiunea agenţilor chimici, capacitatea de absorbţie, reţinere şi cedare a apei, capacitatea de hidrofobizare şi impermeabilizare, gradul de ignifugare, în ansamblul valorilor de utilizare etc.

Parametrii calitativi pentru care sînt date metodele de măsurare, control şi verificare a produselor finite vor constitui indicatori tehnico-economici importanţi în stabilirea calităţii materialelor textile.

Tehnicile de măsurare prezentate vor duce la crearea unei metodologii unice de evaluare a calităţii produselor textile care vor

Scanned with OKEN Scanner

putea fi declarate ca metode oficiale de taxare, va crea posibilitatea introducerii mărcilor de calitate, creiarea de noi parametri de calitate, creşterea competitivităţii produselor indigene la export.

## 1. Capacitatea de impurificare şi de reţinere a murdăriei pe produsele textile

Prin capacitatea de impurificare se înţelege uşurinţa cu care suprafaţa produsului textil, în anumite condiţii, se poate murdări.

La diferitele tipuri de fibre se observă o capacitate diferenţiată de murdărire. Au fost încercate metode de apretură care să confere produselor textile posibilitatea de respingere a impurităţilor care tind să adere ca produse apoase sau ca lichide colorate, ca substanţe grase sau pigmenţi. Aceste apreturi fac ca murdăria să se depună superficial, putînd fi eliminată prin simplă periere, sau să fie complet respinsă. De exemplu, o emulsie de fluor-latex-Scotchard face ca materialul textil să poată respinge murdăria de toate felurile, inclusiv grăsimile.

De asemenea, se mai utilizează dispersii de bioxid de siliciu, ca d.e.: Ludox-Du-Pont, care este o soluţie coloidală 30% de acid silicic polimerizat, Soltex-Degussa şi oxizi de aluminiu combinaţi, în general, cu produse de asuplare, respectiv cu produse de hidrofobizare. Se mai utilizează, de asemenea, polialcool vinilic, cerurile pe bază de polietenă etc.

Pentru a determina capacitatea de murdărie şi de reţinere a ţesăturilor şi tricoturilor există o serie de metode. În general, rezultatele diferitelor metode se exprimă prin formule bazate pe măsurări de reflexie la o probă curată, comparativ cu una murdărită.

În formula prelucrată de A. Wicklein, care este uşor de aplicat, valorile de reflexie a luminii se măsoară pe două filtre la Leucometru şi anume pe filtrul albastru ($A$) şi roşu ($R$):

$$GA = 2A - R,$$

în care:

$GA$ reprezintă gradul de alb;
$A$ — valoarea reflexiei cu filtrul albastru;
$R$ — valoarea reflexiei cu filtrul roşu.

Pierderea procentuală din gradul de alb va fi, deci:

$$P\,\% = \frac{GA_1 - GA_2}{GA_1} \cdot 100,$$



Scanned with OKEN Scanner

în care:

$GA_1$ reprezintă gradul de alb al probei înainte de murdărire;

$GA_2$ — gradul de alb al probei după murdărire.

Se folosesc metodele: cu aer prăfuit, impregnarea cu impurități, impurificarea prin contact și impurificarea cu mediu umed.

*a. Metoda de impurificare cu aer prăfuit*

Se suspendă materialul într-o cutie închisă în care se află aer cu un conținut cunoscut de praf.

O variantă a acestui principiu este aceea de depunere a probei în aer liber cca 50 zile, la care apoi se determină fotometric gradul de murdărire.

J. Henne și R. Jouhet au stabilit că, prin utilizarea unui cilindru prăfuit și acoperit cu proba de analizat, expus unui curent de aer proba se îmbibă cu praf destul de uniform. Rezultatul se exprimă în procente față de un material curat.

Pe acest principiu este construit și un dispozitiv preconizat de American Association of Textile Chemists and Colorists (AATCC), care produce o murdărire rapidă.

*b. Metoda impregnării cu impurități*

Avantajul acestei metode (și de aici larga sa utilizare) îl prezintă reproductibilitatea bună și timpul de analiză scurt.

Metoda AATCC preconizează agitarea, în pahare adaptate la un agitator sau la aparatul Laundometru, a 3—4 bucăți de cîte 7×7 cm de material împreună cu 50 bile de oțel și cu o cantitate fixă de impurități formată din 5 părți negru de fum și 50 părți pulbere de sulfat de sodiu, timp de 15 minute. Apoi se repetă operația fără prezența impurităților, pentru îndepărtarea excesului aderent și se determină fie gradul de alb, fie cantitatea de sulfat reținută de material.

Această metodă are diferite variante, care decurg din modificarea cantităților de impurități (compoziția și procentul), a timpului de contact etc.

A doua variantă a metodei de impregnare constă în fixarea materialului textil, în timp ce murdăria și bilele sînt în stare de agitare.

Metoda se aplică mult la proba pentru covoare, în așa-numita moară cu bile. Bucata de covor este fixată pe un cilindru care se rotește pe un ax așezat orizontal. Printr-un tub așezat în centrul cilindrului și perforat, se aduce cantitatea necesară de murdărie. Datorită, rotirii, murdăria este fin dispersată. Pentru accelerarea



Scanned with OKEN Scanner

murdăririi se folosesc şi bile de metal. Tratarea se face 20 minute cu o rotire de aproximativ 60 rot/minut. Cu ajutorul unui aspirator se îndepărtează excesul de murdărie şi se determină gradul de alb.

*c. Metoda impurificării prin contact*

Această metodă este indicată în special pentru covoare. Se scot fişii din covoarele tratate cu produse diferite, se fixează între ele cu ajutorul unei benzi termoplastice, se expun a fi călcate în locuri cu circulaţie intensă, şi, din timp în timp, se rotesc cu 180° pentru a se impurifica mai uniform.

Se aspiră zilnic, şi, după un timp stabilit, se determină comparativ diferenţa de reflexie. Dacă există o circulaţie intensă şi destul de constantă, aprecierea diferenţelor între fîşiile asamblate se face zilnic.

Un procedeu similar se poate aplica la gulere. Prin contactul lor cu o suprafaţă murdară se poate stabili gradul de murdărire.

Cele mai bune metode prin contact rămîn probele practice.

*d. Metoda impurificării cu medii umede*

Această metodă, deşi se îndepărtează puţin de condiţiile practice de impurificare, este destul de folosită. Ea constă în impregnarea materialului textil cu soluţii de grafit dispersat fin în apă sau de grafit şi ulei în tetraclorură de carbon. Se cufundă sau se impregnează, se stoarce, se usucă şi se determină murdărirea. Gradul de reţinere se determină prin spălare în condiţii constante, pentru toate probele.

## 2. Gradul de alb şi stabilitatea lui

Evaluarea albului la materialele textile comportă consideraţii referitoare la gradul de reflexie, gradul de remisie şi nuanţe. Gradul de alb care se măsoară, indică valori relative. Determinările care se fac pe baza gradului de reflexie sau remisie nu sînt complete, deoarece nu pot da indicaţii asupra nuanţei albului analizat. Ele se completează, însă, cu analiza prin filtre albastre.

Un aparat pentru măsurarea gradului de alb este leucometru Zeiss (fig. 7). Schema bloc a aparatului este dată în figura 104.

Leucometrul lucrează pe principiul comparării fluxului luminos reflectat de proba de analizat cu un fascicul de lumină dat de



Scanned with OKEN Scanner

aceleaşi surse de lumină care luminează proba şi care este variabil şi măsurabil. Fluxul luminos este primit de două fotocelule, al căror curent acţionează în compensare cu un fir electronic, care funcţionează ca instrument de zero. Este deci o metodă de compensare electrooptică cu două celule şi cu electrometru ca instrument de

O sursă comună de lumină iluminează atît proba aşezată în deschizătura unei sfere Ulbricht, cît şi suprafaţa interioară albă a unei sfere identice, la care intensitatea de iluminare se poate modifica printr-o blendă de măsurare, care lucrează liniar Diferenţa de densitate luminoasă dintre cele două sfere condiţionează o diferenţiere a curentului din fotocelule. Această diferenţiere este indicată de un electrometru la care imaginea firului se poate observa pe o placă mată.

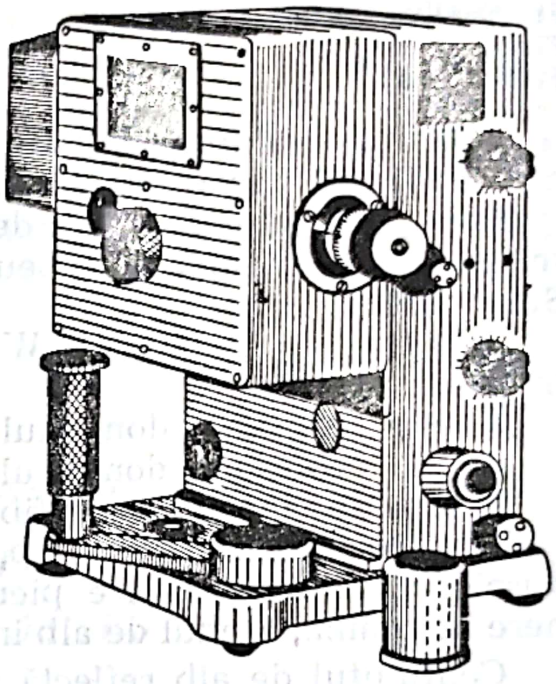


Fig. 7. Leucometrul Karl Zeiss.

Prin rotirea unui şurub micrometric se caută poziţia diafragmei de măsurare la care curentul celor două fotocelule este egal. Firul electrometric arată în acest caz, zero. Citirea pe şurubul micrometric dă nemijlocit un indiciu pentru reflecţia totală a probei de analizat. Acest aparat dă numai trei valori

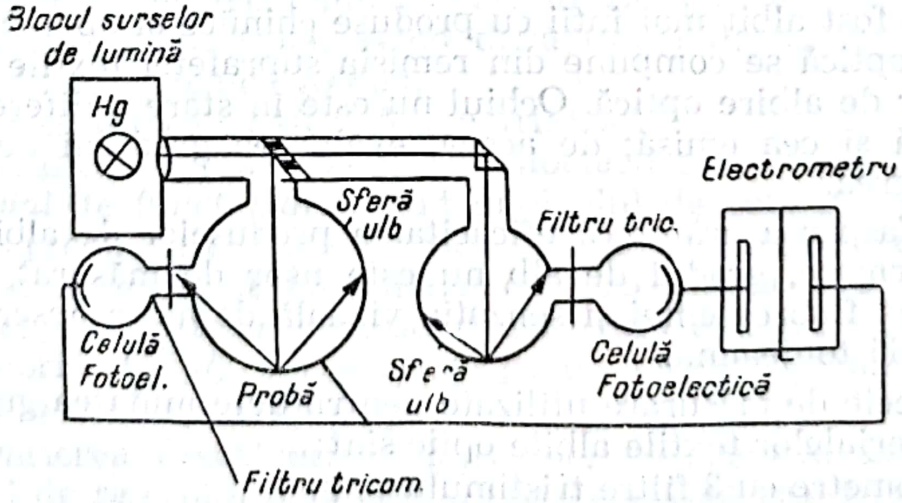



Fig. 8. Schema bloc a leucometrului.



Scanned with OKEN Scanner

de remisie folosind trei filtre: albastru, verde și roșu. Filtrele au următoarele domenii de transmisie:

| | Maxim de transmisie | Semilărgirea domeniului de transmisie |
|---|---|---|
| Filtru albastru | 459 nm | ±42 nm |
| Filtru verde | 522 nm | ±64 nm |
| Filtru roșu | 614 nm | ±28 nm |

Aparatul este înzestrat cu surse de două tipuri: bec cu incandescență și lampă cu vapori de Hg.

Pentru calculul gradului de alb natural sau probe albite chimic, se poate utiliza aparatul Leucometrul și se utilizează relația lui Stephensen:

$$W=2B-R,$$

în care:

$B$ este remisia în domeniul albastru;

$R$ — remisia în domeniul roșu.

Restul de cloramine pe fibrele celulozice albite și temperaturile ridicate pot modifica, în timp, gradul de albire. De asemenea, produsele din fibre sintetice pierd, prin depozitare, purtare și expunere la lumină, gradul de alb inițial.

Conținutul de alb reflectă și gradul de albire sau de curățire al unui material textil. De exemplu, produsele din bumbac albite cu hipoclorit de sodiu, indică în general, un alb de 75—80%, cele albite cu apă oxigenată 80—85%, lînă brută 20—22%, lînă spălată cu săpun cca 24—25%, lînă spălată și tratată cu adaos de produse sintetice cu putere detergentă mare 30—32%.

*Gradul de alb optic.* Impresia de alb, care se observă la un material ce a fost albit mai întîi cu produse chimice și apoi cu produse de albire optică se compune din remisia suprafeței textile și emisia produselor de albire optică. Ochiul nu este în stare a diferenția partea remisă și cea emisă; de aceea, evaluarea gradului de alb este destul de grea.

E. C. Caspar a arătat că eficacitatea produselor de albire optică și, prin urmare, gradul de alb nu este ușor de măsurat, deoarece intensitatea fluorescenței și senzația vizuală de alb a observatorului nu concordă totdeauna.

Mijloacele de măsurare utilizate pentru determinarea gradului de alb al materialelor textile albite optic sînt:

— fotometre cu 3 filtre tristimulus;

— spectrofotometre cu monocromator cu prismă sau filtre interferențiale, cu sau fără integrator.



Scanned with OKEN Scanner

Dintre fotometrele cu 3 filtre tristimulus se utilizează aparatul Elrepho. Acest aparat permite calculul componentelor tricromatice simplu și rapid. Transmisia celor trei filtre numite filtre tristimulus este astfel calculată încît să corespundă uneia din cele trei curbe de sensibilitate a ochiului $\overline{X}$, $\overline{Y}$, $\overline{Z}$.

La aparatele în serie nu este posibil a reproduce exact repartiția curbelor de sensibilitate $\overline{X}$, $\overline{Y}$, $\overline{Z}$, componentele tricromatice sînt mai mult sau mai puțin imprecise. Pentru a se ajunge la componentele tricromatice $X$, $Y$, $Z$, sînt necesare formulele de corecție prin care se trece de la $R_x$, $R_y$, $R_z$ (valorile furnizate de aparat) la $X$, $Y$, $Z$. Aceste corecții sînt necesare întrucît etalonarea aparatului se face folosind ca standard de bază MgO a cărui valoare este fixată pentru cele trei filtre la 100.

Relațiile în baza cărora se calculează $X$, $Y$, $Z$ pentru diferite surse plecînd de la $R_x$, $R_y$, $R_z$ sînt:

Punctul acromatic al sursei $C$:

$X=0{,}782R_x+0{,}192R_z$;

$X=0{,}3101$; $Y=R_y$;

$Y=0{,}3163$; $Z=1{,}181\ R_z$.

Punctul acromatic

pentru lampa cu Xenon $X=0{,}8157\ R_x+0{,}1399\ R_z$;

$X=0{,}3385$; $Y=R_y$;

$Y=0{,}3542$; $Z=0{,}8676\ R_z$.

La afara filtrelor tristimulus aparatul Eirepho este dotat și cu 7 filtre de bandă spectrală, avînd două tipuri de surse: lampă cu incandescență și lampă cu Xenon.

Măsurarea se face cu sferă fotometrică $\lambda°/0°$.

Detectorul constă din două celule fotoelectrice.

*Principiul de funcționare.* Cînd fasciculul de referință și cel reflectat de probă sînt egale, atunci semnalul rezultant este zero. Cînd semnalul rezultant este diferit de zero, acesta este amplificat și ajunge apoi la instrumentul de măsură care este un microampermetru. Valorile $R_x$, $R_y$, $R_z$ se citesc pe un tambur de măsurare ce deplasează o diafragmă aflată în drumul fascicolului de referință.

Prin varierea deschiderii diafragmei se schimbă intensitatea fascicolului de referință pînă cînd ajunge egală cu cea a fascicolului reflectat de probă, situație în care acul microampermetrului este la zero.



Scanned with OKEN Scanner

Aparatul Pretema, spectrofotometru cu filtre interferențiale este utilizat pentru determinarea gradului de alb la materialele fibroase albite chimic cît și albite optic activ. Schema bloc a aparatului este dată în figura 9.

Spectrofotometrul Pretema este un aparat electronooptic complex pe care se pot obține:

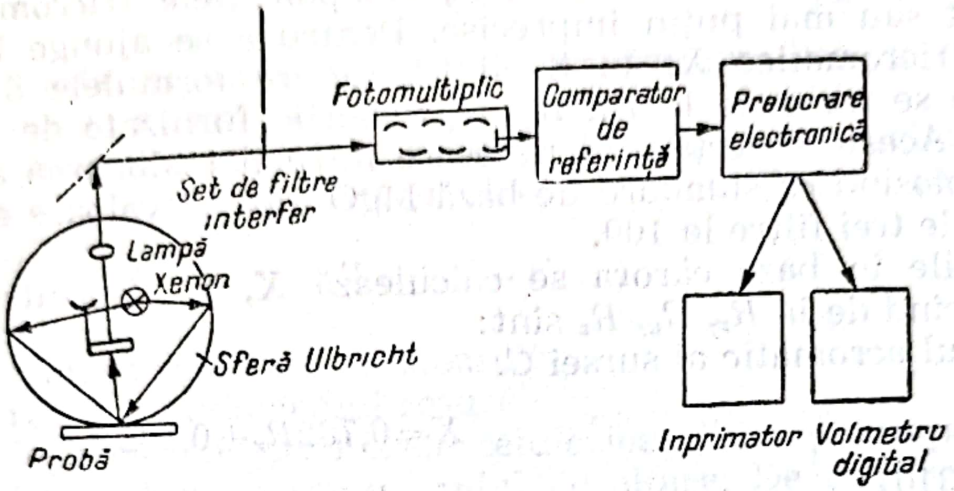



Fig. 9. Aparatul Pretema.

*a.* curba de reflexie a unui material, pe sursa de egală energie E;

*b.* componentele tricromatice *X*, *Y*, *Z* pe sursele etalon *A*, *C*, $D_{65}$.

Sistemul de măsurare — λ°/0°— cu sferă fotometrică. Sursa cu care este înzestrat este o lampă cu Xenon. Detectorul este un fotomultiplicator.

Curba de reflexie se obține din 33 valori de remisie. Remisiile se obțin folosind 33 de filtre interferențiale, care au maximele de transmisie din 10 în 10 nm începînd cu 350 nm pînă la 710 nm.

Aparatul este înzestrat cu un integrator electronic, care pe baza curbei de reflexie dă componentele tricromatice *X*, *Y*, *Z*. Aparatul Pretema este indicat în special pentru determinări pe probe fluorescente. Aceasta se datorește modului de dispunere a elementelor de bază ale aparatului și anume:

Sursă — probă — monocromator (filtre interferențiale) — detector (fig. 10).

Dacă monocromatorul ar fi înaintea probei, radiația de fluorescență ar fi înregistrată la o lungime de undă falsă.

În vederea calculului gradului de alb la materialele textile albite optic s-au făcut studii ample pentru elaborarea unor formule noi bazate pe componentele tricromatice *X*, *Y*, *Z* (d.e. formula Berger și Stephensen modificată). Formulele mai recente nu mai țin seama de toate mărimile de care depinde impresia vizuală de alb și anume:



Scanned with OKEN Scanner

nuanță, saturație, luminozitate, și mai mult țin seama și de ponderea fiecărei mărimi la efectul de alb.

Formulele de grad de alb bazate pe componentele tricromatice $X$, $Y$, $Z$, utilizate sînt:

Formula Stephensen modificată care se aplică strict la aparatul Elrepho.

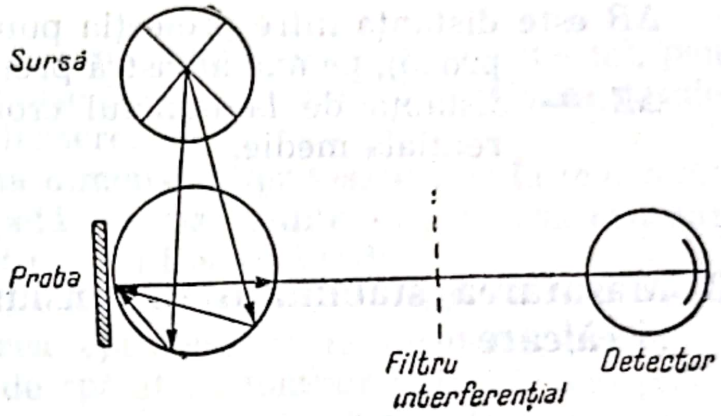



Fig. 10. Schema bloc a aparatului Pretema.

1. $W=2R_z-R_x$.

Formula lui Berger în două variante:

2. $W=R_y/3+R_z-R_x$, care se aplică la aparatul Elrepho.

Varianta a doua folosește componentele tricromatice $X$, $Y$, $Z$.

3. $W=0{,}333\ Y_c+1{,}060\ Z_c-1{,}277\ X_c$.

Formula lui Berger, în varianta a doua, se aplică pentru componentele tricromatice $X$, $Y$, $Z$, obținute pe sursa $C$. Cele două formule simple, date mai sus (*1* și *2*), bazate pe componentele tricromatice se corelează mult mai bine cu evaluările vizuale în comparație cu formula (*3*).

Din rezultatele experimentale obținute, reiese că pentru probe care se deosebesc puțin între ele ca nuanță, aceste formule pot reda cifric diferențele de grad de alb, în mod satisfăcător.

Vaeck dă o formulă de grad de alb, care are în vedere albul optic al observatorilor și care dă o concordanță cu evaluările vizuale, în cazul probelor de diferite cromacități.

Formula stabilită de Vaeck, pentru probe cu alb natural de diferite cromacități, este:

$$W=Y-4\,000\ \Delta E,$$

în care:

$$\Delta E=\sqrt{(\Delta U)^2+(\Delta V)^2},$$

$\Delta U$ și $\Delta V$ fiind măsurate în diagrama $(U, V)$, plecînd de la $O_M$.

Vaeck stabileşte o formulă de grad alb pentru albul fluorescent de diferite cromacităţi, în care luminozitatea, distanţa pe axa albastră preferenţială şi depărtarea pe această axă sînt transformate în luminozităţi echivalente.

Formula este următoarea:

$$W = Y + 5\,000\,\Delta B - 7\,000\,\Delta E,$$

în care:

$\Delta B$ este distanţa între proiecţia punctului cromatic (reprezentînd proba), pe axa albastră preferenţială şi $O_M$;

$\Delta E$ — distanţa de la punctul cromatic la axa albastră preferenţială medie.

## 3. Măsurarea stabilităţii dimensiunilor la umezire, spălare şi călcare

În contact cu apa, ţesăturile şi tricoturile îşi modifică dimensiunile în sensul lungimii, lăţimii, secţiunii şi volumului, în limite foarte variabile, în funcţie de natura şi concentraţia produsului utilizat (apă, soluţii de săpun cu carbonat de sodiu, sau fără carbonat de sodiu, agenţi neionogeni), de temperatură, durată de spălare şi natura fibrelor utilizate.

Stabilirea dimensiunilor la umezire, spălare şi călcare reflectă modul de comportare a ţesăturilor în condiţii de utilizare practică, (spălare casnică sau călcare). Aceasta constituie una din analizele necesare pentru controlul livrărilor — fie spre comerţ, fie spre alte unităţi producătoare, în special, confecţii.

Modificarea dimensiunilor ţesăturilor la spălare şi călcare constituie parametrul calitativ important în stabilirea calităţii produselor, solicitat în special la cele destinate exportului. Tehnicile de măsurare utilizate sînt diferite de la o ţară la alta, ceea ce impune crearea unei metodologii unice de evaluare a modificărilor dimensionale la spălare şi călcare, criteriu important în introducerea mărcilor de calitate.

### 3.1. Măsurarea stabilităţii dimensiunilor la spălat şi călcat a materialelor textile

Metodele de determinare a modificărilor dimensiunilor la spălat a ţesăturilor din orice fel de fibre, cu excepţia a celor din lînă, utilizate sînt:



Scanned with OKEN Scanner

*a.* Metoda prin spălare cu agitare mecanică, aproape de fierbere (cca 95°C), în maşina de spălat cu tambur.

*b.* Metoda prin spălare cu agitare mecanică, aproape de fierbere (cca 95°C), în maşina de spălat cu palete (fără tambur).

*c.* Metoda prin spălare cu agitare mecanică, la temperatura de 40°C, în maşina de spălat cu palete (fără tambur).

*d.* Metoda prin spălare cu agitare manuală la temperatura de 40°C.

Metoda de spălare cu agitare mecanică se aplică, în special, pentru ţesăturile de bumbac, supuse în mod normal la spălarea casnică sau industrială, aproape de fierbere.

Cînd se urmăreşte variaţia dimensiunilor ţesăturilor la mai multe spălări, determinarea se repetă de mai multe ori, în conformitate cu numărul de spălări stabilit pentru fiecare produs.

În principiu, metodele de determinare a modificărilor dimensiunilor constau în supunerea epruvetelor de încercat spălării în condiţii stabilite, în maşina de spălat cu tambur cilindric sau palete şi cu dispozitiv de inversare a sensului de rotaţie. Apoi se stoarce şi se calcă, fără uscare prealabilă.

Se măsoară distanţele dintre reperele marcate pe epruvetă, înainte şi după încercare. Analiza cuprinde mai multe etape şi anume: marcarea probelor, normalizarea lor, tratamentul care generează modificarea.

**Pregătirea epruvetelor.** Din ţesătura de încercat se scoate o epruvetă de preferinţă pe toată lăţimea ţesăturii şi cu lungimea de minimum 60 cm.

Epruveta trebuie tăiată de la o distanţă de cel puţin 1 m şi de preferinţă de la 3 m de la capătul bucăţii.

Tăierea (se interzice sfîşierea) se face pe o direcţie paralelă atît cu firele de urzeală cît şi cu cele de bătătură.

Epruveta se condiţionează în climă standard şi se aşază, fără a fi tensionată, pe o suprafaţă plană şi netedă, evitînd formarea de cute sau ondulaţii.

Pe epruvetă se trasează vizibil trei perechi de repere, conform figurii 11, cu şablonul sau cu un dispozitiv cu comandă mecanică.

Trasarea reperelor se face cu cerneală nelavabilă, prin coasere cu aţă sau prin orice alt procedeu care să reziste operaţiei de spălare.

*Aparatură:*

*1.* maşină de spălat cu tambur orizontal rotativ, cu diametrul de 40 . . . 60 cm şi o viteză periferică de 50 . . . 55 m/minut şi mecanism de inversare a sensului de rotaţie. Se admit şi ale diametre



Scanned with OKEN Scanner

cu condiția ca viteza de rotație să fie astfel reglată pentru a se realiza aceeași viteză periferică.

Se recomandă ca tamburul să fie compartimentat în interior prin 3 sau 4 despărțituri, egale între ele, fie prin 3 sau 4 palete având o lățime de cca 8 cm, plasate la intervale regulate în jurul suprafeței interioare a tamburului și cu lungimea egală cu lungimea acestuia.

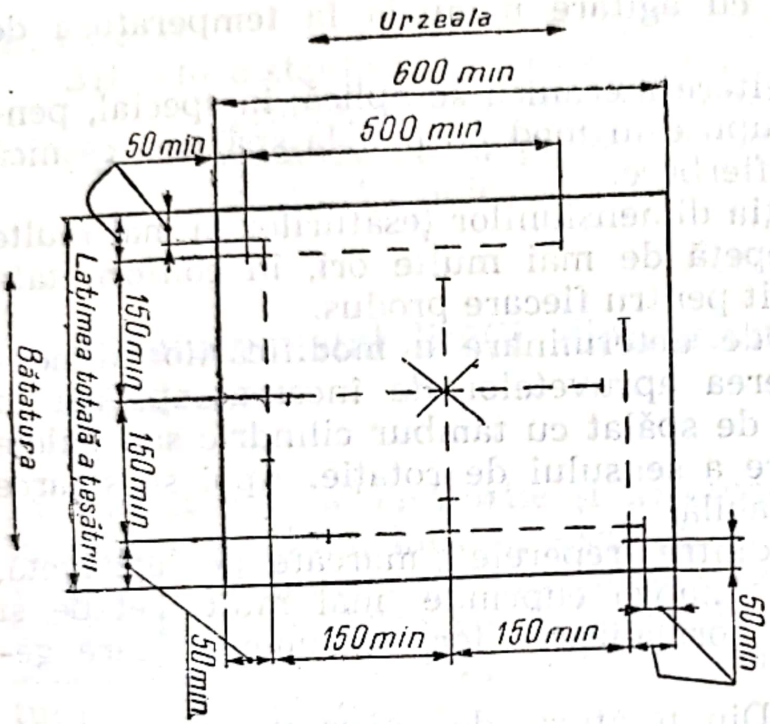


Fig. 11. Trasarea reperelor pe țesături.

Tamburul trebuie să execute 5 . . . 10 rotiri, înainte de inversarea sensului de rotație.

Mașina trebuie să fie prevăzută cu un dispozitiv de încălzire a apei și un termometru pentru măsurarea temperaturii cu precizia de 1°C, precum și cu un orificiu, suficient de mare, pentru a permite evacuarea apei din mașină, în maximum 2 minute.

De asemenea, mașina trebuie să fie prevăzută cu un indicator de nivel pentru flota din interiorul tamburului.

Capacitatea mașinii trebuie să fie cuprinsă între 8 . . 50 kg material uscat raportat la 1 $m^3$ de capacitate a tamburului (inclusiv volumul despărțiturilor). Cantitatea de apă trebuie să fie suficientă (între 1/7 și 1/3 din diametrul interior al tamburului) pentru a acoperi tot materialul.

*2* — centrifugă cu coș perforat care să nu deformeze țesătura și care permite reglarea conținutului de apă între 50 . . . 100%, față de masa țesăturii uscate.

*3* — presă având o suprafață plană de presare a unei epruvete de minimum 60×60 cm cu presiunea de minimum 0,3 $N/cm^2$ (30 $gf/cm^2$) și temperatura de (150±15)°C.

*4* — șablon sau dispozitiv cu comandă mecanică pentru trasarea reperelor.

*5* — riglă rigidă gradată în mm sau direct în valoarea contracției în procente (diviziuni de 0,2%).

*6* — masă de dimensiuni corespunzătoare pentru a permite măsurarea și marcarea epruvetelor.



Scanned with OKEN Scanner

*7* — maşină de spălat rufe, pentru uz casnic, cu palete aşezate pe unul din pereţii verticali, avînd o capacitate de 2 ... 2,5 kg material uscat, prevăzută cu dispozitiv de încălzire şi cu termometru pentru măsurarea temperaturii cu precizia de ±1°C şi indicator de nivel pentru lichidul de spălare.

*8* — vas emailat sau din oţel inoxidabil cu capacitate corespunzătoare volumului de flotă folosit pentru determinare.

*Reactivi şi materiale:*

*1* — săpun cu următoarele caracteristici:

— apă şi substanţe volatile la 105°C, % max. 10;

— alcalinitate liberă însumînd totalitatea substanţelor insolubile în alcool şi clorură de sodiu % max. 4;

— alcalinitate liberă caustică calculată sub formă de NaOH, % max. 0,2;

— substanţe insolubile în apă, % max. 1;

— titrul amestecului de acizi graşi, °C min. 39;

— conţinutul de săpun anhidru; % min. 85.

Se poate prepara o soluţie stoc dizolvînd 0,5 kg săpun în 4 l apă caldă. După răcirea acestei soluţii se obţine un gel omogen care poate fi utilizat la nevoie.

*2* — carbonat de sodiu anhidru;

*3* — apă cu duritate de maximum 50 părţi pe milion (50 părţi de carbonat de calciu la 1 000 000 părţi de apă).

*Calculul:* modificarea dimensiunilor se calculează separat pe direcţia urzelii ($M_u$) şi separat pe direcţia bătăturii ($M_b$) cu relaţia:

$$M_u = \frac{l_2 - l_1}{l_1} \cdot 100 \quad [\%];$$

$$M_b = \frac{l_2 - l_1}{l_1} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$l_1$ este distanţa medie între reperele de măsurare înainte de spălare, în mm;

$l_2$ — distanţa medie între reperele de măsurare după spălare, în mm.

Valorile obţinute reprezintă contracţia atunci cînd sînt negative (—) şi alungiri cînd sînt pozitive (+).

*Metoda prin spălare cu agitare mecanică aproape de fierbere (cca 95°C) în maşina de spălat cu tambur*

**Tehnica de lucru.** Se introduce în maşină epruveta sau epruvetele, una cîte una şi o cantitate suficientă de ţesătură similară, ast-



Scanned with OKEN Scanner

fel încît flota din tambur să ajungă pînă la indicatorul de nivel. Se pune maşina în funcţiune şi se notează timpul. Maşina trebuie să funcţioneze fără întrerupere 60 minute timp în care trebuie să se efectueze fără întreruperi următoarele operaţii.

Introducerea în maşină, în cel mult 4 minute, a unei cantităţi de apă suficientă pentru spălat şi avînd o temperatură astfel încît să permită încălzirea lichidului la fierbere, într-un timp care să nu depăşească 10 minute.

Adăugarea de carbonat de sodiu în proporţie de 2 g/l după care se ridică rapid temperatura la 95°C. Adăugarea unei cantităţi suficientă de săpun pentru a obţine o soluţie spumoasă. Dacă se adaugă o cantitate de săpun mai mare de 5 g/l, se va indica în buletinul de încercare cantitatea de săpun şi motivul pentru care s-a făcut acest adaos. Se va menţine temperatura la minimum 80°C.

Evacuarea rapidă a soluţiei de săpun după 40 minute de mers, socotite de la începutul încercării, după care se introduce în maşină o cantitate suficientă de apă pentru clătit, aducîndu-se temperatura la 60°C într-un timp care nu depăşeşte 2 minute.

Evacuarea apei după 45 minute de mers, socotite de la începutul încercării, după care se umple maşina încă odată şi se încălzeşte la 60°C.

Evacuarea rapidă a apei la sfîrşitul celor 55 minute de mers, socotite de la începutul încercării. Se lasă să funcţioneze maşina în continuare, pentru a obţine o durată totală de funcţionare de 60 minute, după care se opreşte.

Se îndepărtează epruveta din aparat şi se elimină apa prin centrifugare. La ţesuturile grele sau impermeabile este necesar ca după stoarcere, cantitatea de apă să fie mai mare pentru a se asigura îndepărtarea cutelor în timpul călcării.

Urmează în continuare călcarea, după ce fiecare epruvetă a fost adusă în stare plană, fără a fi întinsă, pentru a evita formarea de cute în timpul presatului. Se continuă această operaţie pînă se obţine un conţinut de umiditate destul de scăzut, care să permită condiţionarea epruvetei.

*Metoda prin spălare cu agitare mecanică aproape de fierbere (cca 95°C), în maşina de spălat cu palete (fără tambur)*

Epruveta de încercat se supune spălării în maşina de spălat cu palete, în condiţii stabilite, apoi se stoarce şi se calcă fără uscare prealabilă.



Scanned with OKEN Scanner

Se măsoară distanțele dintre reperele marcate pe epruvetă înainte și după încercare.

**Tehnica de lucru.** Se introduce în mașina de spălat apă caldă, la care se adaugă: carbonat de sodiu anhidru 2 g/l, răpun fulgi 5 g/l, avînd grijă să nu se depășească indicatorul de nivel pentru flota din mașină.

Temperatura apei introduse trebuie să asigure încălzirea flotei în mașină la 95°C într-un timp care să nu depășească 10 minute.

Epruveta sau epruvetele luate și marcate sînt crestate pe laturile fără margine originală, din cca 8 în 8 cm pe o adîncime de cca 1,5 cm în scopul evitării destrămării și înnodării firelor care se desprind în timpul spălării. Epruveta sau epruvetele astfel pregătite se înmoaie la 40°C, timp de 5 minute sub agitare manuală și se introduc în mașina de spălat.

Se completează capacitatea mașinii cu alte țesături, de preferință din același material, pentru a se realiza un raport de flotă 1 : 20.

Se ridică temperatura flotei la 95°C, în maximum 10 minute și se mențin epruvetele sub agitare timp 30 minute avînd grijă ca în tot acest timp temperatura să nu scadă sub 80°C; apoi se elimină rapid flota.

Pentru clătire se introduce apa avînd temperatura de cca 60°C, după care se agită 5 minute și apoi se repetă operația cu apă rece încă 5 minute. După spălare epruveta sau epruvetele, se storc. După stoarcere epruveta (epruvetele) se calcă cu presa sau în lipsa unei prese cu fierul de călcat după cum se indică mai jos.

Fierul de călcat se așază, succesiv, pe regiuni adiacente, pe toată suprafața epruvetei (prin presare și nu prin alunecare). Temperatura fierului se reglează în funcție de natura fibrei.

Epruvetele din fibre sintetice nu se presează direct, ci prin intermediul unei pînze din bumbac umezite, avînd un conținut de apă de 120 . . . 150%.

*Metoda prin spălare cu agitare mecanică la temperatura de 40°C în mașina de spălat cu palete*

Tehnica de lucru este cea descrisă la spălarea prin agitare mecanică aproape de fierbere, în mașina de spălat cu palete, cu următoarele precizări:

— epruveta se înmoaie în apă la temperatura de 25 . . . 30°C;
— temperatura flotei de spălare trebuie să fie de (40±3)°C;
— clătirea se face cu apă la temperatura de 25 . . . 30°C.

Scanned with OKEN Scanner

*Metoda prin spălare cu agitare manuală la temperatura de 40°C*

**Tehnica de lucru.** Spălarea se execută într-un vas emailat, la un raport de flotă de 1 : 40 și se aplică la țesăturile din mătase și tip mătase. Epruvetele se introduc în flota de spălare, care conține 2 g/l carbonat de sodiu și 5 g/l săpun fulgi, la temperatura de (40±3)°C. Se mențin la această temperatură timp de 30 minute, agitînd ușor cu o baghetă. Se elimină flota, se clătește de 2 ori timp de 5 minute în apă, la temperatura de (40±3)°C, reînoită de fiecare dată și apoi se clătește cu apă rece, timp de 5 minute. Clătirea se face prin agitare cu bagheta. Stoarcerea se face prin centrifugare. Călcarea se face prin presarea fiecărei epruvete după ce a fost adusă în stare plană, fără a fi întinsă, pentru a evita formarea de cute în timpul presatului. Se continuă această operație pînă se obține un conținut de umiditate destul de scăzut care să permită condiționarea epruvetei.

### 3.2. Măsurarea stabilității dimensiunilor materialelor textile prin imersare în apă rece

Metoda constă în imersarea probei în apă rece și măsurarea schimbărilor dimensionale după centrifugare.

**Tehnica de lucru.** Se taie epruvete cu dimensiunile de 450 mm ×450 mm, cu marginile paralele cu direcțiile lungimii și lățimii. Pentru tricoturi se iau probe cu grosime dublă, îmbinînd capetele libere prin coasere cu ață stabilă din punct de vedere dimensional. Se marchează pe epruvete cîte trei perechi de repere în fiecare direcție. Se condiționează epruvetele în atmosferă standard. Se depune epruveta climatizată netensionată pe suportul de sticlă și se așază cealaltă placă de sticlă peste epruvetă. Se măsoară distanțele dintre repere. Epruvetele astfel măsurate, se așază plan în apă, în care s-a adăugat 0,5 g/l agent de înmuiere și se mențin timp de 2 ore. Apa trebuie să aibă o temperatură cuprinsă între 15°C și 20°C și duritate 0. Se verifică ca înălțimea lichidului peste epruvetă să fie de cel puțin 25 mm. Dacă este nevoie se scufundă epruveta prin aplicarea unor greutăți suplimentare avînd grijă ca acestea să fie cît mai mici posibil. După două ore se scurge excesul de apă, se scoate epruveta și se depune pe o țesătură frotir. În cadrul acestui proces, se manipulează epruveta cu grijă. Metoda cea mai convenabilă este de a plia colțurile spre centru, astfel încît epruveta să poată fi susținută atunci cînd se ridică de pe țesătura frotir. Se îndepărtează apa în exces, printr-o presare ușoară cu o altă țesătură



Scanned with OKEN Scanner

frotir așezată pe partea superioară a epruvetei. Apoi se depune epruveta pe o suprafață plană, netedă și se lasă să se usuce la o temperatură cuprinsă între 15°C și 20°C. Se condiționează epruveta în atmosferă standard pînă la echilibru și se măsoară distanța dintre repere. Se calculează valoarea medie a dimensiunilor inițiale și valoarea medie a dimensiunilor finale pe fiecare direcție. Se calculează modificarea dimensiunilor ca procentaje ale valorilor medii ale dimensiunilor inițiale.

### 3.3. Determinarea modificărilor dimensiunilor a materialelor textile din lînă la umezire

Materialele textile care conțin lînă pot prezenta tensiuni latente care pot fi îndepărtate în mod parțial prin umezire în apă și uscare, care duc la schimbări dimensionale atît în direcția urzelii cît și a bătăturii sau în ambele direcții, iar la tricoturi în direcția șirului cît și a rîndului sau în ambele direcții.

Gradul de relaxare al unui material care conține lînă și este complet finisat, depinde atît de condițiile de finisare cît și de condițiile folosite pentru a produce relaxarea, ca d.e. în procesul de curățire, uscarea, aburire.

Tehnica de măsurare prezentată dă informații asupra schimbării dimensiunilor potențiale în condițiile de testare. Această metodă va furniza informații de valoare în legătură cu comportarea materialelor care conțin lînă în cadrul anumitor procese.

Tehnica de măsurare constă în condiționarea epruvetelor în climă standard, măsurare, umezire în apă, uscare, recondiționare și măsurare. Modificările dimensiunilor obținute se calculează pe baza valorilor medii ale dimensiunilor finale și inițiale atît pe direcția urzelii cît și pe direcția bătăturii sau pe direcția șirului și rîndului la tricoturi.

**Tehnica de măsurare.** Din probele de analizat se taie epruvete de 500 mm×500 mm fără îndoituri, cu marginile paralele cu direcția urzelii și bătăturii sau respectiv ale șirului și rîndului (tricot). Pentru tricoturi se realizează epruvete cu grosime dublă, prin îmbinarea capetelor libere. Se marchează pe epruvete trei perechi de puncte de referință pe fiecare direcție la o distanță de 400 mm între punctele reperate. Nici un punct de referință nu va fi la o distanță mai mică de 50 mm față de capătul epruvetei.

Marcarea se poate face cu cerneală nelavabilă, impregnare cu acetat de celuloză dizolvată în acetonă.



Scanned with OKEN Scanner

Epruvetele marcate, netensionate se așază pe o sită și se expun în atmosferă de condiționare standard, timp de cel mult 12 ore. Se depune epruveta condiționată, netensionată, pe o suprafață plană și se măsoară reperele. Se introduc epruvetele măsurate și așezate plan într-o cuvă care conține apă cu un adaos de 0,5 g/l agent de înmuiere la temperatura de 35°C—37°C.

Apa trebuie să depășească epruveta cu 25 mm. După o oră, se scurge soluția, se îndepărtează epruveta fără distorsiune și se depune pe o suprafață plană, prevăzută cu o țesătură frotir.

Se usucă probele în condițiile atmosferice în care au fost efectuate măsurările inițiale. Se depune epruveta condiționată, uscată pe suprafața plană și se efectuează din nou măsurările Se calculează valoarea medie a dimensiunilor inițiale și finale pe fiecare direcție și se calculează modificările dimensionale ca procentaje ale valorilor medii ale dimensiunilor inițiale.

### 3.4. Determinarea modificărilor dimensiunilor la spălare a tricoturilor care conțin lînă

Tricoturile care conțin lînă în timpul spălării pot suferi modificări dimensionale la relaxare care provin fie din timpul tricotării sau finisării și modificări dimensionale cauzate de împîslire. Tehnicile de măsurare prezentate sînt pentru determinarea modificărilor dimensiunilor la relaxare și împîslire în timpul procesului de spălare. Modificarea dimensiunilor la relaxare se determină prin măsurarea schimbării dimensiunilor care apar în timpul unei înmuieri statice plus o scurtă perioadă de agitare în mașina de spălat Cubex.

Modificarea dimensiunilor prin împîslire se determină prin înregistrarea schimbării dimensiunilor care apar în timpul agitării în mașina Cubex în condițiile specificate.

Modificarea dimensională totală se determină prin înregistrarea schimbării totale a dimensiunilor care apar în timpul proceselor de împîslire și relaxare.

Epruvetele vor fi astfel selectate încît să corespundă mostrei care se testează, iar în cazul articolelor de îmbrăcăminte trebuie să se evite părțile cu cusături sau marginile. Vor fi folosite epruvete cu grosime dublă fiecare avînd dimensiuni finale de 300 mm (lățime) și 40 mm (lungime).

Marginile libere ale epruvetei cu grosime dublă vor fi cusute cu ață durabilă din punct de vedere dimensional utilizînd tighel în lanț și o lungime de cusătură de 2—3 mm. Se așază epruvetele pe o suprafață netedă și se marchează în vederea măsurărilor. Distanțele



Scanned with OKEN Scanner

între repere trebuie să fie la o distanță de 25 mm față de marginile epruvetei. Se expun epruvetele în atmosferă standard timp de cel puțin 4 ore pînă cînd acestea ating echilibrul. Se efectuează toate măsurările în această atmosferă. Pentru măsurare, epruvetele se așază pe o suprafață plană, se îndepărtează cutele ușor fără a se întinde epruveta. Se măsoară distanțele între repere.

*Determinarea modificărilor dimensiunilor la relaxare*

Se introduc epruvetele în mașina Cubex care conține 25 l de soluție tampon cu un adaos de 0,05% agent de înmuiere. Raportul de flotă este de 1 : 25. Temperatura flotei la începutul determinării trebuie să fie de (40±2)°C. Se supun probele la o înmuiere statică de 15 minute, urmată de o agitare timp de 5 minute. Se îndepărtează epruvetele, împăturind colțurile fiecăreia spre centru. Se limpezesc epruvetele evitîndu-se cît mai mult posibil agitarea lor în trei băi succesive, cu apă încălzită la temperatura de 40°C. Se trec epruvetele din baie în baie, aplicînd o ușoară stoarcere pentru a îndepărta excesul de soluție. Se îndepărtează apa prin centrifugare. Se împăturește epruveta și se așază întinsă pe o suprafață plană care poate fi metalică sau din material plastic neted. Dacă este nevoie pentru uscare în cazul articolelor groase se pot aplica temperaturi care să nu depășească 55°C. Dacă se aplică curenți de aer, viteza aerului nu trebuie să fie atît de mare încît să producă agitarea epruvetelor în timpul uscării. Se condiționează epruvetele și se măsoară în condițiile descrise.

*Determinarea modificărilor dimensiunilor la împîslire*

Se introduc epruvetele măsurate în condiții standard, în mașina Cubex care conține soluția tampon. Raportul de flotă este de 1 : 25. Temperatura soluției la începutul testării trebuie să fie de (40±2)°C.

Se agită epruvetele în mașina Cubex timp de 30 minute. Se îndepărtează epruvetele, se împăturesc colțurile fiecărei epruvete spre centru. Se elimină apa prin centrifugare. Se usucă epruvetele așezîndu-le întinse pe o suprafață netedă metalică sau din material plastic. Temperaura nu va depăși 55°C. Se condiționează epruvetele în climă standard și se măsoară modificările dimensiunilor.

*Calculul și exprimarea rezultatelor.* Modificarea dimensiunilor la relaxare ($D_r$) se calculează cu relația:

$$D_r = \frac{M_r - M_i}{M_i} \cdot 100 \ [\%].$$



Scanned with OKEN Scanner

Modificarea dimensiunilor la împîslire ($D_p$) se calculează cu relaţia:

$$D_p = \frac{M_p - M_r}{M_i} \cdot 100 \ [\%].$$

Modificarea dimensională totală ($DT$) se calculează cu relaţia:

$$DT = \frac{M_p - M_i}{M_i} \cdot 100 \ [\%],$$

în care:

$M_i$ este distanţa medie între reperele de măsurare iniţiale, în mm;

$M_l$ — distanţa medie între reperele de măsurare la relaxare, în mm;

$M_p$ — distanţa medie între reperele de măsurare la împîslire, în mm.

Modificarea dimensională a suprafeţelor ($MS$) se calculează cu relaţia:

$$MS = M_1\,\% + M_L - \frac{M_1 + M_L}{100} \ [\%],$$

în care:

$M_1$ reprezintă modificarea dimensională în lăţime (%), în mm;

$M_L$ — modificarea dimensională în lungime (%), în mm;

În cazul îmbrăcămintei pentru copii, la epruvetele de încercare se vor tăia mînecile şi se cos părţile tăiate. La şosete, ciorapi, se fac măsurări pe gambă şi pe laba piciorului. Nu se include călcîiul şi secţiunile degetelor.

*Aparatură:* aparat Cubex care constă dintr-un recipient cubic din oţel inoxidabil (368 mm × 368 mm × 36 mm) avînd o capacitate de 50 l. Aparatul este prevăzut cu o deschizătură cu capac rabatabil, etanş, prin care cubul este încărcat şi descărcat. Cubul se roteşte, instalaţia fiind dotată cu un mecanism de acţionare reversibil şi are o turaţie de 60 rotaţii/minut, direcţia de rotire fiind inversată în mod automat la fiecare 5 minute, cu o pauză de 5 secunde între ciclurile de rotire.

Recipientul cubic este realizat din oţel inoxidabil şi este prevăzut cu o supapă ce poate fi acţionată manual prin îndepărtarea soluţiei. Aparatul este prevăzut cu un cronometru controlat automat.

*Soluţii:* soluţie tampon ($p$H=7), care conţin 4,5 g fosfat monosodic şi 8 g de fosfat disodic, la 1 000 ml. apă.



Scanned with OKEN Scanner

### 3.5. Măsurarea stabilității dimensiunilor a materialelor tricotate și a țesuturilor din fibre poliamidice

Țesăturile și tricotajele din fibre poliamidice sînt astfel realizate încît să fie stabile la efectele căldurii și umidității. Cu cît materialul este mai bine fixat cu atît modificările dimensionale sînt mai mici. Metoda de determinare constă în fierberea epruvetelor în apă distilată și măsurarea variației dimensiunilor trasate inițial pe epruvete.

**Tehnica de măsurare.** Pe epruvetele de încercat (țesături, tricoturi, ciorapi) se trasează repere care limitează porțiuni de cîte 200 mm pe lungime (urzeală respectiv, șiruri) și lățime (bătătură respectiv rînduri). Epruvetele se introduc într-un vas din oțel inoxidabil care conține apă distilată cu un adaos de 0,2 g/l agent de udare, la temperatura de fierbere, la un raport de flotă de 1 : 50. Probele se fierb timp de 30 minute. Se usucă la temperatura camerei fără agitare, se climatizează și se măsoară tot în climă standard (distanțele dintre repere), pe lungime și lățime.

Modificările dimensiunilor ($M_D$) se calculează cu relația:

$$M_D = \frac{l_1 - l_2}{l_1} \cdot 100 \ [\%],$$

în care:

$l_1$ este distanța medie inițială dintre repere, în mm;
$l_2$ — distanța medie dintre repere după fierbere, în mm.

### 3.6. Măsurarea stabilității dimensiunilor a păturilor din lînă și lînă în amestec cu fibre celulozice la înmuiere și spălare

Pentru determinarea modificărilor dimensionale a păturilor din 100% lînă și lînă în amestec cu fibre celulozice la înmuiere și spălare în apă, se taie epruvete cu dimensiunile de 60×60 cm astfel încît laturile epruvetei să fie paralele cu firele de urzeală și bătătură. În interiorul suprafeței epruvetei se definește o zonă centrală de 50×50 cm prin efectuarea a trei perechi de semne, repartizate uniform în direcția urzelii și bătăturii. Semnele pot fi făcute cu șabloane. Se condiționează epruvetele în climă standard și apoi se efectuează măsurările înregistrînd distanța dintre fiecare pereche de semne în lungime și lățimea epruvetei.

Pentru măsurarea modificărilor dimensionale la umezire, epruvetele pregătite în modul indicat, se mențin timp de o oră sub o coloană de soluție proaspăt preparată de 2,5 cm, care conține 0,3% carbonat de sodiu și 0,05% produs de umezire, la temperatura de 35—37°C. După înmuiere se scurge soluția, se introduce din nou soluție



Scanned with OKEN Scanner

proaspăt preparată și se menține sub coloană de apă de 2,5 cm, la temperatura de 35—37°C, timp de 2 minute. În cazul cînd aparatura permite, se poate mișca ușor epruveta prin agitarea recipientului. Se repetă această operație de două ori.

Pentru determinarea modificărilor dimensionale la spălare, epruvetele tratate în modul indicat se introduc într-o mașină rotativă dotată cu un mecanism de inversare a sensului de mișcare și care posedă un termometru și un indicator al nivelului apei. Tamburul are diametrul de 46 cm și efectuează 21 rev/minut adică o viteză periferică de 30 m/minut. Direcția de mișcare a tamburului este inversată după fiecare 4 sau 5 revoluții. Încărcătura în mașină este echivalentă cu 40 g/dm$^3$. Soluția de spălare este apă distilată cu adaosurile indicate la proba de umezire suficientă pentru a se realiza o adîncime de 10 cm în tambur. Probele se mențin timp de 90 minute la temperatura de 35—37°C, apoi probele se îndepărtează. Se îndepărtează excesul de apă din epruvetele care se așază apoi pe o placă metalică, într-o atmosferă cu o temperatură de 37°C, de preferat în curenți de aer și se lasă să se usuce. În final, acestea se condiționează în climă standard. Se măsoară distanțele dintre reperele marcate pe epruvete și se calculează modificările dimensionale pe urzeală și bătătură.

### 3.7. Determinarea modificărilor dimensiunilor a materialelor elastice la spălare și uscare

Metoda constă în determinarea modificărilor dimensionale liniare, care apar în timpul procesului de spălare și uscare. Se efectuează măsurarea dimensiunilor inițiale și finite și se calculează modificarea dimensională.

Procedeul de testare se aplică la materialele care conțin cauciuc sau alte fibre, sau fire elastomerice, care au posibilitatea de revenire la întindere, în direcție paralelă cu firele elastomerice și caracterizate printr-o rezistență mare la deformare și o capacitate mare de revenire la forma și dimensiunea sa normală.

**Tehnica de măsurare.** Se aleg cel puțin trei epruvete care trebuie să reprezinte, pe cît posibil, mostra care se testează. Unde există posibilitate, epruvetele nu vor fi alese la o distanță mai mică de 200 mm față de margine. Se expun epruvetele în atmosfera standard cel puțin 16 ore. Se efectuează măsurările în această atmosferă. Probele vor fi testate pe întreaga lățime a materialelor cu o lățime de 350 mm. Vor fi tăiate epruvete cu o lățime de 350 mm și chiar mai mari, pentru a se realiza epruvete de 350×350 mm. Materialele tubulare vor fi testate în formă tubulară. Articolele de îmbrăcăminte vor fi tratate în întregime. Dacă există posibilitatea ca materialul să



Scanned with OKEN Scanner

se destrame, se va face o cusătură de-a lungul marginilor pentru a se evita deşirarea.

Apoi se aşază epruveta pe o suprafaţă plană, netedă şi se marchează perechi de puncte de reper la o distanţă de 50 mm şi cel mult 250 mm. Cînd dimensiunea epruvetei permite, se efectuează trei perechi separate de repere, pe direcţiile lungimii şi lăţimii, avînd grijă ca nici un punct de reper să nu fie la o distanţă mai mică de 10 mm faţă de margine. Dacă se marchează materialele cu o lăţime mai mică de 70 mm, trebuie să se facă o pereche de semne de reper de-a lungul lungimii epruvetei, existînd siguranţa că semnele nu sînt la o distanţă mai mică de 50 mm de la fiecare capăt de epruvetă.

La articolele de îmbrăcăminte cu dimensiuni neuniforme, se efectuează trei perechi de semne în direcţia lungimii şi trei în direcţia lăţimii, în toate cazurile punctele de reper vor fi efectuate la o distanţă de 10 mm de la marginea articolului de îmbrăcăminte. Epruvetele astfel pregătite se aşază în mod plat şi se efectuează măsurătorile. Se măsoară distanţa dintre centrele fiecărei perechi de semne. Se introduc în maşina Cubex, 25 l soluţie de spălare proaspăt pregătită, care conţine: 1,0 g dodecibenzensulfonat de sodiu, 1,5 g fosfat trisodic, 0,5 g perborat de sodiu, 0,5 g silicat de sodiu şi 1,0 g sulfat de sodiu anhidru la 1 l de soluţie. Se verifică ca temperatura soluţiei, înainte de adăugarea epruvetelor, să fie de $(60\pm2)$°C; se adaugă epruvetele. Greutatea totală a epruvetelor nu trebuie să depăşească 250 g. Se pune în funcţiune maşina timp de 10 minute. Se îndepărtează epruvetele şi apoi se limpezeşte cu apă la temperatura de 40—48°C evitînd agitarea şi deformarea epruvetelor. Se centrifughează epruvetele într-o centrifugă de laborator. Se aşază plan fiecare epruvetă, pe latura tamburului, evitînd întinderea în timpul centrifugării. Se continuă centrifugarea pînă cînd nu se mai extrage apă. Se usucă epruveta, prin atîrnare verticală într-o etuvă cu curent de aer, la temperatura de 105°C, timp de o oră. Viteza aerului nu trebuie să fie atît de mare încît să producă mişcarea epruvetei în timpul uscării. Se condiţionează epruvetele în climă standard şi apoi tot în climă standard se execută şi măsurătorile finale.

Modificarea dimensională ($M_D$) liniară procentuală în lungime şi lăţime se calculează cu relaţia:

$$M_D = \frac{M_f - M_i}{M_i} \cdot 100 \ [\%],$$

în care:

$M_f$ este distanţa medie între reperele de măsurare înainte de spălare, în mm;

$M_i$ — distanţa medie între reperele de măsurare după spălare, în mm.

### 3.8. Determinarea stabilității dimensiunilor acoperitoarelor de pardoseli din material textil, după expunere la căldură și imersare în apă

Această metodă dă informații asupra stabilității dimensionale a mochetelor folosite ca acoperitoare de pardoseli.

**Tehnica de măsurare.** Se selectează trei epruvete reprezentative și care au dimensiunile de 250 mm×250 mm, notînd sensul de fabricare. Se condiționează probele în climă standard, timp de 72 ore. Pe epruveta complet întinsă se efectuează măsurările dintre marginile paralele cu sensul de fabricare și dintre margini, în unghiuri drepte cu sensul de fabricare. Măsurările se fac la o distanță de 200 mm de marginea paralelă, cu sensul de fabricare și pe cealaltă direcție. Epruvetele astfel pregătite se întind în stare liberă pe rastelele perforate, în etuva de uscare la temperatura de (60±2)°C. Se mențin la această temperatură timp de două ore și apoi se execută din nou măsurările, pe ambele direcții. Epruvetele se scufundă în poziție plană, în apa în care s-a adăugat 0,5 g/l agent de înmuiere, la temperatura de (20±2)°C și se mențin timp de 2 ore, după care se scot din apă. Excesul de umiditate se îndepărtează plasînd epruvetele între două coli de hîrtie de filtru. După 5 minute se măsoară din nou distanța dintre cele două margini paralele. Epruvetele se usucă din nou timp de 24 ore, în etuvă, la temperatura de (60±2)°C, în condițiile menționate. În decurs de 2 minute de la îndepărtarea epruvetei din etuvă se măsoară din nou distanțele dintre repere. Epruvetele se introduc în atmosferă standard unde se mențin timp de 48 ore. Se măsoară distanțele dintre repere, stabilind totodată aspectul final și gradul de șifonare al epruvetei. Se calculează valoarea medie a măsurătorilor obținute pentru toate epruvetele în sensul de fabricare și în direcția perpendiculară pentru fiecare etapă la care s-au făcut referiri. Se calculează în fiecare caz variațiile și se exprimă în procente.

### 3.9. Determinarea modificărilor dimensiunilor la spălat a tricoturilor și confecțiilor din tricot

Pentru determinarea modificărilor dimensionale la spălat a tricoturilor, epruvetele de încercare se supun succesiv la spălat, călcat și climatizat prin aplicarea procedeelor:

— spălare cu agitare manuală la temperatura de 40°C;
— spălare cu agitare manuală la temperatura de 95°C;



Scanned with OKEN Scanner

— spălare cu agitare mecanică la temperatura de 60°C;
— uscare pe suprafaţă plană;
— uscare prin atîrnare;
— uscare pe uscător cu tambur rotativ;
— climatizare;
— călcare şi climatizare.

În urma aplicării acestor procedee se măsoară modificările dimensionale intervenite pe direcţia şirurilor şi a rîndurilor de ochiuri, după repetarea de minimum 3 ori a metodei. Procedeele date se aplică pentru determinarea modificărilor dimensionale la spălat a tricoturilor şi ale confecţiilor din tricot obţinute din orice fibre, cu excepţia celor care conţin peste 50% lînă.

**Tehnica de măsurare.** Din fiecare probă de tricot, se scot cîte trei epruvete.

Din fiecare probă de confecţii de tricot se scot cîte 3—5 epruvete, după felul şi mărimea produsului. În general o epruvetă este constituită dintr-un exemplar de produs.

Epruvetele se scot după o perioadă de relaxare a produselor de 48 ore, dacă procesele de fabricaţie sau de confecţie a acestora nu reclamă o perioadă de relaxare mai îndelungată.

Probele de tricot se iau din mijlocul bucăţii şi de la minimum 3 m de capătul ei, evitîndu-se locurile cu defecte sau cu degradări. Dimensiunile epruvetei trebuie să fie de 600×600 mm sau de lăţimea tricotului în cazul că aceasta este mai mică de 600 mm.

Pe epruveta de tricot aşezată pe o masă cu suprafaţă plană şi netedă, se trasează, vizibil, trei perechi de repere pentru fiecare direcţie, conform figurii. Reperele trebuie să fie trasate paralel şi perpendicular pe şirurile de ochiuri.

Pe produsul confecţionat din tricot, aşezat pe o masă cu suprafaţă plană şi netedă se trasează 1 . . . 3 linii de măsurare, pentru fiecare direcţie, în locurile considerate mai reprezentative.

Distanţa între două linii de măsurare nu trebuie să fie mai mică de 25 cm. La produsele cu elastic introdus, acesta trebuie îndepărtat pentru a nu influenţa fixarea şi măsurarea reperelor. Marcarea reperelor se face cu creionul, cu pastă colorată sau prin coasere cu aţă de cusut, astfel în cît să reziste operaţiei de spălare.

Înainte de trasare, epruvetele se climatizează minimum 4 ore în atmosferă standard, la umiditatea $(65 \pm 2)\%$ şi temperatura $(20 \pm 2)°C$.

Înainte de climatizare, dacă tricotul are tendinţa de a se rula, el trebuie netezit uşor cu fierul de călcat, ţinînd seama să nu se producă tensionări sau modificări dimensionale.

Scanned with OKEN Scanner

*Spălarea.* Flota de spălare se pregătește prin dizolvarea în apă a următoarelor substanțe:

*a.* pentru tricoturi din fire sintetice:
— agent tensioactiv 3 g/l;

*b.* pentru tricoturi din celelalte materii prime:
— agent tensioactiv 3 g/l;
— carbonat de sodiu 2 g/l.

În cazul apei dure și a săpunurilor sensibile la apă dură se poate adăuga un agent complexant, dacă nu există posibilitatea de dedurizare.

*Spălarea cu agitare manuală la 40°C.* Operația de spălare se execută în recipiente, la raportul de flotă 1 : 30.

Se introduc epruvetele în flota de spălare la temperatura de (40±2)°C și se lasă la această temperatură timp de 30 minute. În acest interval se presează și se strîng ușor cu mîna de 10 ori.

Se elimină flota și se clătesc de două ori cîte 3 minute în apă la 40°C, reînnoită de fiecare dată. Raportul de flotă trebuie să fie de 1 : 50. Clătirea se face prin agitare ușoară cu mîna sau cu un baston de lemn. La sfîrșit se mai clătesc odată cu apă rece în aceleași condiții.

Stoarcerea se face numai prin centrifugare. În acest scop, tricotul se împăturește în patru, pe direcția șirurilor și se așază în centrifugă, pe peretele lateral al coșului, avînd direcția șirurilor de ochiuri paralelă cu pardoseala.

Produsele semifasonate sau confecțiile din tricot se rulează cît mai uniform pe direcția șirurilor și se așază în centrifugă.

Durata centrifugării se prelungește pînă ce intensitatea jetului de apă eliminat scade mult.

*Spălarea cu agitare manuală la 95°C.* Se pregătește flota în modul indicat. Se introduc probele la temperatura de 40°C, se aduce flota la temperatura (95± )°C, în timp de 20 minute și se menține la această temperatură 30 minute. Spălarea se face la raportul de flotă 1 : 30, iar în timpul spălării se agită ușor. Clătirea și stoarcerea se execută în modul descris mai sus.

*Spălare cu agitare mecanică la 60°C.* Confecțiile din tricot se spală ca atare, iar epruvetele din tricot se spală introduse în saci de tricot nedeformabil cu ochiuri mari. Se recomandă saci din poliester sau de polipropilenă cu dimensiunile 420×320 mm, în care se pot introduce 2 . . . 6 epruvete, în funcție de mărimea lor.

Se umple mașina cu apă, la temperatura de (60±3)°C pînă la nivelul indicat de constructor. Se adaugă substanțele de spălare și se agită un minut pentru dizolvare. Cu mașina în mers se introduc una cîte una epruvetele și eventual și alte materiale textile adiționale, de



Scanned with OKEN Scanner

preferință din același material și sub aceiași formă cu proba, pentru a se ajunge la încărcătura medie indicată de constructor (raportul de flotă 1 : 15 . . . 1 : 20).

Se spală 10 minute, se oprește și se elimină flota. Se umple cu apă la (40±2)°C, se clătesc 3 minute, se oprește și se elimină din nou flota. Se repetă operația cu apă rece și se storc în modul indicat.

*Uscarea.* Indiferent de procedeul de uscare folosit, materialul se consideră uscat, cînd s-a ajuns la umiditatea normală pentru fibra respectivă în condiții de atmosferă standard de condiționare. Stabilirea duratei de uscare se face prin încercări prealabile.

*Uscare pe suprafață plană.* După stoarcere, epruvetele se așază pe o suprafață plană, lucioasă, perforată sau pe o sită; se netezesc ușor cu mîna pentru a nu forma cute și se usucă în această stare, în aer liber, la temperatura camerei.

*Uscare prin atîrnare.* Uscarea se face în aer liber prin atîrnarea epruvetelor pe o frînghie de uscat, sau pe un suport de haine, cu direcția șirurilor de ochiuri în poziție verticală.

În cazul tricotului, epruvetele se prind două cîte două în cinci puncte și se atîrnă pe frînghie, iar confecțiile din tricot se așază pe suport.

*Uscare pe uscător cu tambur rotativ.* Uscarea se face într-un uscător cu tambur rotativ, la temperatura de (60±5)°C.

*Călcarea.* Se aplică exclusiv tricoturilor care au tendința de a se rula. Epruvetele se umezesc cu o duză de stropit, pînă la 30% umiditate față de materialul uscat și se calcă cu un fier de călcat de cca 2 kg greutate.

Călcarea nu se efectuează prin alunecarea fierului pe epruvetă, ci prin așezarea lui succesivă, pe regiuni adiacente (călcare prin tamponare).

Temperatura se reglează în funcție de natura fibrei (200°C pentru fibre celulozice, 170°C pentru fibre poliesterice, 150°C pentru fibre poliamidice, mătase naturală, lînă în amestec, 120°C pentru fibre poliacrilnitrilice, 100°C pentru mătase acetat, poliuretan).

Epruvetele din fibre sintetice nu se calcă direct, ci prin intermediul unei pînze din bumbac umezite, avînd un conținut de apă de 120 . . . 150%.

*Climatizarea.* După uscare (sau călcare), înainte de măsurare, epruvetele se mențin cel puțin 4 ore sau peste noapte în atmosfera standard, cu umiditate relativă (65±2)% și temperatură (20±2)°C.

*Măsurare.* Pe epruvetele climatizate și așezate pe o suprafață plană lucioasă se măsoară distanțele între repere, cu o precizie de ±1 mm.

Pentru tricoturi se ia ca rezultat media celor trei epruvete măsurate în cele trei puncte pe fiecare direcție (9 măsurări) în parte. Pen-



Scanned with OKEN Scanner

tru produse confecţionate din tricot se ia ca rezultat media pe fiecare linie de măsurare a celor 3 sau 5 epruvete măsurate pe liniile stabilite iniţial, conform figurii 12.

**Calculul rezultatelor.** Modificarea dimensională procentuală se calculează separat pe direcţia şirurilor (longitudinal) şi a rîndurilor (transversal) de ochiuri, cu relaţia:

$$\varepsilon_L = \frac{l_2 - l_1}{l_1} \cdot 100 \ [\%];$$

$$\varepsilon_T = \frac{l_2 - l_1}{l_1} \cdot 100 \ [\%],$$

în care:

$\varepsilon_L$ reprezintă modificarea dimensională, în procente, pe direcţia şirurilor de ochiuri;

$\varepsilon_T$ — modificarea dimensională, în procente, pe direcţia rîndurilor de ochiuri;

$l_1$ — distanţa medie între reperele de măsurare, înainte de spălare, în mm;

$l_2$ — distanţa medie între reperele de măsurare, după spălare, în mm.

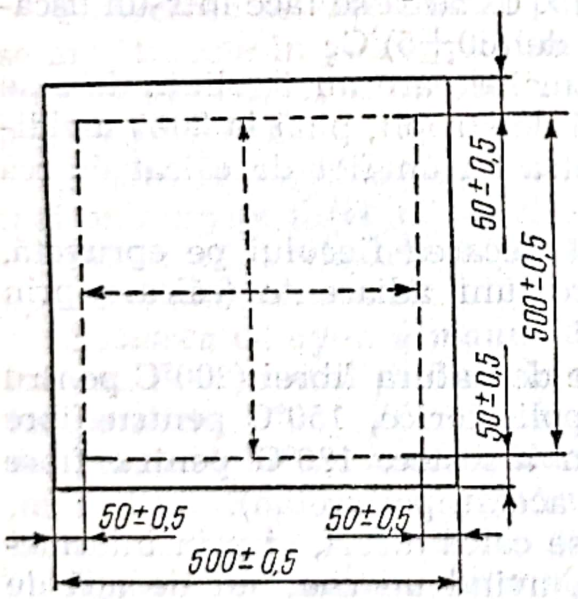


Fig. 12. Trasarea reperelor pe tricoturi.

*Aparatură şi materiale:* pentru spălarea cu agitare manuală se foloseşte un reipient din oţel inoxidabil de capacitate corespunzătoare

Pentru spălarea cu agitare mecanică se pot folosi:

— maşină de spălat rufe pentru uz casnic, avînd o capacitate de încărcare de 2 . . . 2,5 kg material uscat şi de 30 . . . 40 l flotă;

— maşină de spălat cu tambur rotativ de 500 . . . 600 mm diametru şi 350 . . 500 mm lungime, prevăzut de-alungul lui cu trei aripioare de 70 mm lăţime, decalate între ele cu 120°;

— maşină de uscat cu tambur rotativ de 750 mm diametru 600 mm lungime şi viteză de rotaţie de 35 rot/min;

— maşină Cubex;

— centrifugă de laborator sau industrială;

— fier de călcat, prevăzut cu termoregulator;

— suprafaţă plană, netedă, eventual perforată (pentru uscat);

— masă de dimensiuni corespunzătoare pentru a permite marcarea și măsurarea probelor;

— șablon metalic pentru marcat repere;

— riglă metalică gradată în mm, pe o porțiune de cel puțin 600 mm sau ruletă gradată în mm;

— săpun fulgi, alcool gras sulfatat, carbonat de sodiu, apă cu duritate maximă 1°.

### 3.10. Măsurarea stabilității dimensiunilor la călcat a țesăturilor din 100% lînă și tip lînă

Modificările dimensionale ale țesăturilor din 100% lînă sau tip lînă, în urma tratamentelor umidotermice, constituie un parametru de bază și o condiție obligatorie de recepție a țesăturilor. Metoda de determinare a stabilității dimensionale la călcat a țesăturilor din lînă și tip lînă constă în supunerea epruvetelor de încercat pe care s-au marcat o serie de repere, acțiunii unei prese de călcat, a cărei placă superioară este încălzită la temperaturi diferite, în funcție de compoziția fibroasă a țesăturilor. Modificarea dimensiunilor dintre repere se raportează la valoarea inițială. Prin țesături tip lînă se înțeleg țesăturile din fibre de lînă în amestec cu fibre chimice prelucrate după procesele tehnologice folosite în industria lînii.

*Aparatură.* Aparat pentru determinarea stabilității dimensionale la călcat (tip ICT) care se compune din:

— suport metalic (*1*) — realizat în construcție, sudată din profile metalice laminate;

— dispozitiv de manevră a plăcii superioare (*2*) — două brațe mobile realizate în construcție, sudată din profile metalice laminate, unite între ele printr-o tijă metalică;

— dispozitiv de coborîre-uscare a plăcii superioare pe probă (*3*) — principiul șurub-piuliță;

— placă mobilă superioară încălzită electric (*4*) (interval 100—200°C) din aluminiu turnat și care exercită o presiune de 42 daN/cm$^2$;

— placă fixă — inferioară încălzită electric (*5*), interval 0—70°C, din aluminiu turnat;

— dispozitiv de blocare — deblocare a plăcii superioare încălzită în poziția de lucru (*6*);

— dispozitiv de compresare a unei eventuale neplaneități între suprafețele de lucru a celor două plăci (*7*);

— pupitru cu aparatură de comandă, măsură și control.



Scanned with OKEN Scanner

Poziţionarea subansamblelor principale este prezentată în figura 13.

Tabloul de comandă este prezentat în figura 14.

**Tehnica de măsurare.** Din probele de analizat se scot trei epruvete, la o distanţă de minimum 10 cm de marginea ţesăturii, din porţiuni aflate pe diagonala ţesăturii, astfel ca marginile epruvetei să

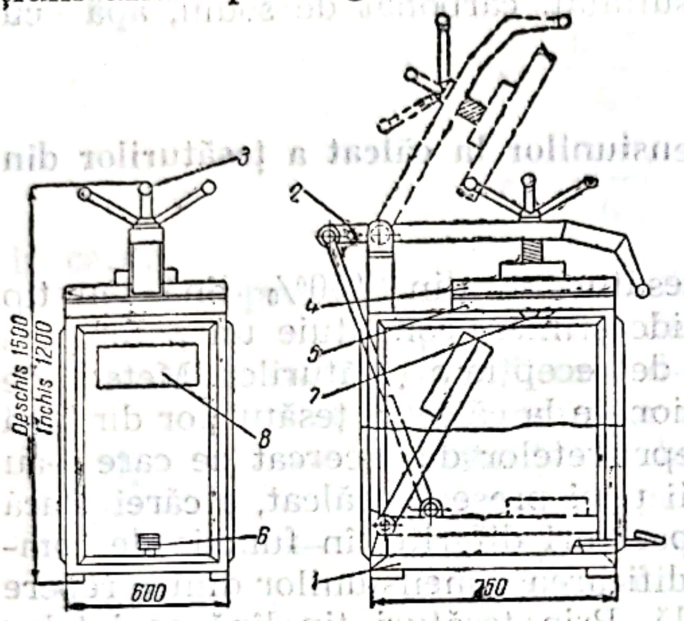



Fig. 13. Poziţionarea subansamblelor presei de călcat:

*1* — suport metalic; *2* — dispozitiv de manevrare a plăcii superioare; *3* — dispozitiv de coborîre-urcare a plăcii superioare; *4* — placa superioară; *5* — placa fixă; *6* — dispozitiv de blocare-deblocare placă superioară; *7* — dispozitiv de reglare a presiunii; *8* — pupitru cu aparatură de comandă, măsură şi control.

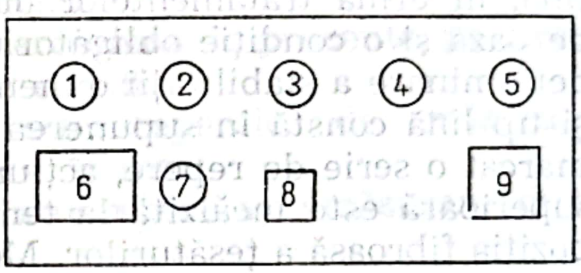



Fig. 14. Tabloul de comandă al presei de călcat:

*1* — buton pornire pentru reglarea timpului; *2* — buton oprire pentru reglarea timpului; *3* — bec semnalizare temperatură de lucru a plăcii superioare; *4* — bec semnalizare generală; *5* — bec semnalizare depăşire timp de lucru stabilit; *6* — dispozitiv pentru reglarea temperatură; *7* — comutator alimentare placă interioară; *8* — comutator alimentare generală; *9* — dispozitiv pentru reglare a timpului.

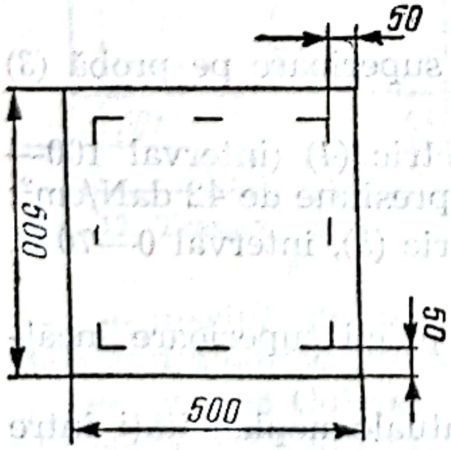



Fig. 15. Trasarea reperelor pe epruvete.

fie paralele cu firele de urzeală, respectiv de bătătură ale ţesăturii. Dimensiunile epruvetei sînt de 50 mm×50 mm. Pe epruvete se marchează cîte trei perechi de repere pentru fiecare direcţie (fig. 15).

Înainte de încercare, epruvetele se condiţionează în climă standard astfel:

— 24 ore pentru ţesături cu masa pînă 350 g/m² şi 48 ore pentru ţesături cu masa peste 350 g/m².

După climatizare, epruvetele se aşază pe un suport plan şi se netezesc uşor cu

mîna, fără a le întinde. Se măsoară distanţele dintre repere şi se ia ca valoare de referinţă media aritmetică a celor trei distanţe marcate pe epruvetă, pe direcţia urzelii, respectiv pe direcţia bătăturii. Placa mobilă superioară a aparatului, în poziţie de repaos va fi deschisă maximum şi se închide întrerupătorul general. Se reglează temperatura şi timpul de lucru dorit după care se aşază proba pe placa inferioară. Se acoperă proba cu o ţesătură de bumbac, în prealabil udată şi stoarsă. Ţesătura de călcat se udă şi se stoarce astfel încît apa reţinută să reprezinte 15% din valoarea ce indică masa uscată a ei. Ţesătura de bumbac trebuie să aibă masa de 130—150 g/m². Numărul straturilor de ţesătură umedă, durata şi temperatura variază, în funcţie de masa pe metru pătrat şi de materia primă din care este executată epruveta astfel:

a. pentru ţesăturile din lînă şi lînă în amestec, placa superioară a presei trebuie să aibă o temperatură de 190°C ... 200°C, iar pentru ţesăturile din fire sintetice şi din lînă în amestec cu fibre sintetice 140°C ... 150°C.

b. pentru ţesăturile cu masa pînă la 350 g/m², cîrpa umezită se aşază într-un singur strat, iar timpul de presare este de 30 s; pentru ţesăturile cu masa peste 350 g/m², ţesătura umezită se aşază între două straturi, iar timpul de presare este de 45 s.

Se aduce braţul cu placa superioară a aparatului pînă în poziţia orizontală — poziţia de lucru. Se lasă, cu ajutorul dispozitivului şurub-piuliţă, placa superioară pe probă. După trecerea timpului de lucru prestabilit (avertizare vizuală şi sonoră) se ridică placa superioară de pe probă cu ajutorul dispozitivului şurub-piuliţă pînă la poziţia maximă. Se deblochează braţul cu contragreutate, prin apăsarea pe pedală şi se scoate proba. După efectuarea celor trei încercări, se deschide întrerupătorul general. Epruveta se climatizează apoi şi se măsoară distanţa dintre repere.

Modificările dimensionale ($M_d$) la călcat se calculează pe direcţia urzelii şi bătăturii, pe fiecare epruvetă în parte:

$$M_d = \frac{l_1 - l_2}{l_1} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$l_1$ este distanţa medie între repere, pe direcţia urzelii, respectic bătăturii, înainte de călcare, în mm;

$l_2$ — distanţa medie între repere, pe direcţia bătăturii, după călcare, în mm.



Scanned with OKEN Scanner

## 4. Stabilitatea față de acțiunea agenților chimici

În cursul prelucrării și utilizării, materialele textile vin în contact cu diferite produse chimice, în special acizi, alcalii, produse oxidante și reducătoare, solvenți, față de care fibrele sînt mai sensibile sau mai puțin sensibile, în funcție de compoziția și structura lor.

Valoarea de utilizare, în deosebi în scopuri tehnice, necesită o bună stabilitate la agenți chimici, în funcție de locul de utilizare.

Pentru o privire de ansamblu a comportării produselor textile la diferiți agenți chimici se fac serii de încercări la care se analizează influența concentrației reactivului, temperaturii și duratei de acțiune. Mai rar se analizează această stabilitate prin crearea condițiilor de încercare în raport strict cu scopul utilizării.

Evaluarea stabilității față de diferiți agenți chimici se poate face după mai multe criterii și anume:

— pierderea de masă, care se poate produce printr-o parțială dizolvare;
— solubilitatea mărită într-un solvent specific;
— modificarea gradului de polimerizare;
— variația concentrației;
— scăderea sarcinii de rupere.

Aceste criterii nu sînt absolute pentru toate fibrele, dată fiind sensibilitatea diferențială a lor.

Stabilitatea față de clor este o problemă deosebit de actuală. Materialele textile apretate cu rășini sintetice și spălate cu produse cu conținut de clor reține clorul, care, apoi, la uscare și călcare, poate da degradări mai intense sau mai puțin intense.

Iodometric, se poate stabili reținerea de clor din baia de tratare sau conținutul de clor al materialului. Prin această metodă, însă, nu se poate stabili modul de comportare în timpul uscării a clorului reținut, care prezintă pericolul de a degrada materialul.

Una din metodele cele mai potrivite pentru determinarea clorului este proba „Textil Scorch", prin care se determină degradarea materialului textil celulozic sub acțiunea clorului reținut. În principiu, metoda constă dintr-o tratare cu clor, spălare și uscare, urmată de o presare între două plăci metalice la temperatură și presiune constante și determinarea ulterioară a scăderii sarcinii de rupere.

O țesătură de cca 25/25 cm se tratează timp de 15 minute la temperatura de $(27 \pm 3)°C$ la un $p$H=11 și la un raport de flotă 1 : 50, cu 2,5 g/l clor activ.



Scanned with OKEN Scanner

Fiecare mostră se lasă cca 1 minut, restul timpului se agită, apoi mostra se scoate din flota cu clor, se presează cu mîna și se spală timp de 6 minute, în 6 băi, cu apă la temperatura de 21—27°C. Se centrifughează, se usucă cu fierul de călcat, timp de 10 s, la tempratura de 138—140°C, se condiționează, se trece într-un dispozitiv cu plăci metalice timp de 30 s, la temperatura de (185±1)°C și se recondiționează 4 ore, după care se determină sarcina de rupere. Prin determinarea diferenței între proba netratată cu clor și cea tratată, se poate stabili degradarea.

La țesăturile destinate echipamentelor de protecție se recomandă să se determine comportarea la acizi, alcalii și solvenți.

**Determinarea comportării materialelor textile la acizi.** Pentru testare se folosesc: acid sulfuric 48%; acid azotic 32%; acid clorhidric 18%. Comportarea materialului textil se urmărește prin imersie sau stropire cu soluțiile respective.

Pentru determinarea comportării materialelor textile prin imersie în acizi, epruvete cu dimensiunile de 40 cm×5 cm, pe direcția urzelii și bătăturii, climatizate, se introduc în soluțiile menționate unde se mențin timp de 60 minute la temperatura de (20±1)°C. După imersare epruvetele se scot, se usucă, se climatizează și se determină pe o parte din epruvete modificările dimensionale pe direcția urzelii și bătăturii, iar pe celelalte epruvete se determină rezistența la tracțiune.

Pentru determinarea comportării materialelor textile la stropire, epruvete cu dimensiunile de 20 cm×10 cm, climatizate, se așază pe o suprafață plană de sticlă fără vibrații. Cu o micropipetă se pun cîte 3 picături de 0,1 ml, din acizii indicați. Se va ține seama ca vîrful pipetei să nu atingă suprafața materialului, iar cele 3 picături din fiecare acid se pun astfel încît să apară ca 3 dîre oblice care cuprind zone de fire diferite.

Epruvetele cu cele 9 picături de acizi se lasă pe această suprafață timp de 60 minute, respectiv 180 minute, după care se examinează avînd în vedere următoarea clasificare:

Cazul 1 — nu se udă; în acest caz picăturile sînt strălucitoare argintii pe suprafața materialului.

Cazul 2 — se udă; în acest caz dosul materialului este parțial sau total mai închis la culoare.

Cazul 3 — ușor absorbant; se mai observă pe suprafața materialului o parte a picăturii.

Cazul 4 — absorbant; nu se observă nici o picătură ci numai o porțiune udă.

**Comportarea materialelor textile la alcalii și solvenți.** Această determinare se efectuează utilizînd soluții de hidroxid de sodiu



Scanned with OKEN Scanner

40%, 20%, soluții de carbonat de sodiu 20% și solvenții utilizați în industriile care solicită echipamente de protecție rezistente, utilizînd atît metoda de imersare cît și metoda de stropire.

## 5. Măsurarea capacității de absorbție, reținere și cedare a apei

Parametrii principali care caracterizează caracteristicile de confort ale materialelor textile sînt:

— higroscopicitatea;
— capacitatea de absorbție a apei;
— capacitatea de retenție a apei;
— capacitatea de cedare a apei;
— capacitatea de absorbție a apei prin capilaritate;
— transmisia de vapori de apă.

Aceste caracteristici sînt determinate de absorbția, adsorbția, difuzia și retenția apei la care intervin și alte elemente ca natura materiei prime, structura fibrei, structura firului, contextura țesăturii sau tricotului, operațiile de finisare la care sînt supuse articolele studiate.

### 5.1. Determinarea absorbției umidității atmosferice pînă la starea de echilibru (hidroscopicitatea)

Metoda constă în măsurarea diferenței de masă a materialului expus în climă standard de încercare și uscat pînă la masă constantă.

**Tehnica de măsurare.** Se expun 5 epruvete, cu dimensiuni de 10×10 cm, în climă standard (65±5% umiditate relativă și 20±2°C temperatură), timp de 4 ore. Apoi se usucă timp de o oră, la temperatura de 50°C și se climatizează timp de 24 ore în climă standard. Se usucă la temperatura de (105±3)°C, pînă la masă constantă și se cîntăresc.

Higroscopicitatea, exprimată în procente, se calculează cu relația:

$$H = \frac{m_1 - m_2}{m_2} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa probei uscate la temperatura de 50°C timp de 50°C timp de o oră, în climă standard, în g;
$m_2$ — masa probei uscate la temperatura de 105°C, în g.



Scanned with OKEN Scanner

*Măsurarea capacității de absorbție, de retenție și de cedare a apei*

În funcție de utilizarea materialului textil este necesar să se determine capacitatea de absorbție și de retenție a apei sau a altor lichide. Cantitatea de apă absorbită poate să umple toți porii materialului textil cu apă sau numai parțial, atingînd valori maxime sau minime. Materialele textile pot absorbi apa, fie din aer, ca umiditate, fie direct din soluție. Din soluție, principiul determinării este menținerea unei probe de masă determinată în contact cu apa, un timp determinat și măsurarea masei din nou. Diferența constantă de masă reprezintă cantitatea de apă absorbită. După cîntărire, materialul textil este uscat pînă la masă constantă și se recîntărește. Cantitatea de apă găsită a doua oară reprezintă retenția de apă. În mod analog se poate analiza capacitatea de retenție a altor lichide, cum ar fi uleiuri minerale.

După modul de îndepărtare a surplusului de apă se deosebesc: metode prin picurare, metode prin presare și metode prin centrifugare. La determinarea capacității de retenție a apei, rezultatele depind foarte mult de apa care se găsește în porii firului, țesăturii sau a tricotului.

## 5.2. Determinarea capacității de absorbție a apei

5 epruvete cu dimensiuni de 10×10 cm climatizate, se cîntăresc la balanța analitică cu precizie de ±0,0001 g. Probele se montează pe un stativ și se introduc în apă distilată la temperatura de 20°C la 50 mm sub nivelul apei unde se mențin timp de (60±1) minute. Se scot probele cu stativul și se lasă să se scurgă timp de (120±3) secunde. Se introduc probele în fiole de cîntărire și se determină masa prin diferență.

Absorbția de apă (A) se calculează cu relația:

$$A = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa epruvetei analizate, în g;

$m_2$ — masa epruvetei umede, în g.

## 5.3. Determinarea capacității de retenție a apei

5 epruvete climatizate și montate pe o grilă metalică se introduc în apă distilată, la temperatura de 20°C la 50 mm, sub nivelul apei



Scanned with OKEN Scanner

unde se mențin timp de (60±1) minute. Se scot probele cu grila și se lasă să se scurgă timp de (120±3) secunde. Se introduc probele în fiola de cîntărire și se determină masa prin diferență. Probele se introduc apoi într-o etuvă și se usucă la temperatura de (105±3)°C pînă la masă constantă.

Capacitatea de retenție ($CR$) a apei, procentual, se determină cu relația:

$$CR = \frac{m_a - m_u}{m_a} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m_a$ este masa probei umede, în g;

$m_u$ — masa probei absolut uscate, în g.

## 5.4. Determinarea capacității de cedare a apei

Epruvetele climatizate se cîntăresc la balanța analitică, se montează pe un stativ și se introduc în apă distilată, la temperatura de 20°C la 50 mm, sub nivelul apei, unde se mențin timp de (60±1) minute. Se scot epruvetele din lichid, se scurge lichidul (prin menținerea stativului în poziție verticală) și se determină masa epruvetelor umede. Apoi se depun între două straturi duble de hîrtie de filtru și se trece peste ele un cilindru metalic (de 1 kg și 15 cm lungime) într-o cursă de du-te vino. Se cîntăresc epruvetele din nou.

Capacitatea de cedare a apei (C), se calculează cu relația:

$$C = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa probei analizate, în g;

$m_2$ — masa probei umede, în g;

$m_3$ — masa probei presate, în g.

Capacitatea de absorbție, retenție și de cedare a apei, la fire, țesături și tricoturi este foarte diferită, în funcție de natura fibrelor. Chiar la același gen de fibre, în funcție de structura probei analizate, s-au obținut rezultate diferite. Condițiile de încercare, de asemenea, pot influența rezultatele.

## 5.5. Determinarea capacității de absorbție a apei prin capilaritate

Capilaritatea este proprietatea materialelor textile de a absorbi și transporta apa prin forțe capilare. După prescripțiile metodei pre-



Scanned with OKEN Scanner

zentate, se măsoară transportarea apei în sensul opus celei al forței de gravitație. Drept măsură servește înălțimea de ridicare a coloanei de apă pe fîșii de material textil, cufundate în apă.

**Tehnica de măsurare.** Determinarea se execută pe epruvete luate în sensul lungimii și lățimii la țesături sau pe orizontală și verticală la tricoturi fiecare epruvetă avînd dimensiunile de (280±±2)mm lungime și (30±1)mm lățime. Epruvetele se extrag pe fir drept, respectiv pe șir sau rînd de ochiuri din porțiuni reprezentative pentru proba analizată.

La unul din capetele epruvetei se ștanțează două găuri cu diametrul de 5 mm, a căror margine se află la cca 5 mm de marginea laterală respectivă și de marginea inferioară a epruvetei. Epruvetele se climatizează, iar măsurarea se efectuează în sală climatizată. Aparatura trebuie să fie prevăzută cu dispozitive de izolare a epruvetelor față de curenții de aer. Probele astfel pregătite se montează în suportul aparatului pentru determinarea hidrofiliei cu ajutorul dispozitivelor de prindere, astfel ca să fie paralele cu riglele de măsurat, iar capetele inferioare să se găsească sub rigle cu cca 20 mm. Prin orificiile ștanțate ale epruvetelor se introduce o baghetă de tensionare avînd masa de cca 10% din masa/m² a țesăturii încercate. Apoi suportul apei se coboară pînă ce linia de marcare „zero" a riglelor atinge suprafața apei din recipient. Atunci capetele epruvetelor se vor afla cufundate cu cca 20 mm sub nivelul apei. În acel moment, se fixează suportul pe tija centrală și se pornește cronometru. Înălțimea coloanei de apă absorbită se notează după 1,5, 10, 20, 30, 60 minute, prin citirea pe riglă. Dacă linia de demarcație a coloanei de apă nu se poate observa cu ochiul liber, atunci ea se stabilește cu ajutorul unui aparat pentru măsurat rezistența electrică astfel: electrodul metalic sub formă de placă se deplasează pe epruvete de sus în jos, pînă cînd indicatorul de curent indică prin oscilații trecerea curentului. Această înălțime se citește pe riglă, în mm. Rezultatul analizei se exprimă prin timpul necesar pentru parcurgerea unei anumite distanțe sau prin măsurarea distanței parcurse într-un timp fixat.

Se mai utilizează și metoda de determinare a capilarității cu plăci poroase. Această metodă este foarte importantă pentru determinarea capacității de absorbție a transpirației prin capilaritate. Ea se bazează pe măsurarea cantității de apă reținută pe plăcile poroase, în funcție de timp, sau de cîntărire a cantității de apă absorbită, indiferent de timp. O variantă a acestei metode determină viteza de evaporare a apei absorbite.



Scanned with OKEN Scanner

## 5.6. Determinarea vitezei de propagare a apei

Țesăturile sau tricoturile tratate cu substanțe hidrofobizante pot să-și modifice proprietățile hidrofobe. Aceste substanțe, practic nu măresc puterea de absorbție a apei a materialelor textile, dar contribuie la propagarea instantanee a apei, astfel încît transferul de umiditate al corpului omenesc către exteriorul îmbrăcămintii să fie accelerat.

**Tehnica de măsurare.** Epruvetele de tricot se plasează între două plăci de plexiglas, care au o greutate de 1 kg. Se aplică 0,1 ml de soluție apoasă colorată prin partea perforată din centrul plăcii superioare de plexiglas utilizînd o micropipetă. Cu ajutorul unui cronometru se măsoară timpul necesar lichidului colorat de a se întinde pe o suprafață de 19,6 $cm^2$. Pe placa superioară sînt gravate o elipsă și un cerc cu aceeași suprafață ($e$=2,15; $a$=3; $b$=2,1; $r$=2,5 cm) al cărui centru este situat în mijlocul perforării.

În cazul țesăturilor se marchează pe epruvetă un cerc de 50 mm diametru; țesătura astfel marcată este ținută lejer pe deschiderea unui cilindru și se lasă să cadă picături dintr-o soluție de încercare în centrul cercului. Se măsoară apoi timpul necesar ca soluția să se extindă pe suprafața astfel circumscrisă.

## 5.7. Determinarea permeabilității absorbției și desorbției vaporilor de apă

Permeabilitatea la vaporii de apă reprezintă cantitatea de vapori de apă, în mg, care trece printr-o suprafață de produs de 10 $cm^2$, în 24 de ore, în condiții determinate.

Absorbția vaporilor de apă reprezintă cantitatea de vapori de apă, în mg, care sînt reținuți de produs, într-o perioadă de timp și în condiții determinate, exprimată în procente față de masa produsului.

Desorbția vaporilor de apă reprezintă cantitatea de vapori de apă, pe care îi cedează produsul în 24 ore, în condiții determinate exprimată în procente față de masa produsului.

### 5.7.1. Determinarea permeabilității la vapori de apă

Metoda de determinare a permeabilității la vapori de apă a materialelor textile constă în menținerea epruvetei deasupra unui vas Herfeld cu apă distilată, în condiții stabilite și determinarea cantității de vapori de apă care au trecut prin produs.



Scanned with OKEN Scanner

Vasele Herfeld, utilizate, sînt din sticlă Jena, cu înălțimea de 45 mm și diametrul, la gură, de 60 mm, prevăzut cu un capac din aluminiu (fig. 16) cu o deschidere circulară, care corespunde unei suprafețe de trecere a vaporilor de apă de 10 $cm^2$.

Din probele de analizat se scot minimum 4 epruvete de formă circulară cu diametrul de 60 mm, de la o distanță de cel puțin 100 mm de marginile materialului și de preferință pe diagonală. Epruvetele se climatizează, și se introduc în vasele Herfeld cu cîte 50 $cm^3$ apă distilată Epruvetele condiționate se așază între două garnituri de cauciuc și se fixează la gura vasului, cu fața în afară, prin înșurubarea capacului. Vasul, astfel pregătit, se introduce în exicatorul cu acid sulfuric ($\rho$=1,841) și se notează timpul, în ore și minute. În cazul în care în laborator nu se poate realiza temperatura de (20±2)°C, exicatorul se introduce în termostat. După 24 de ore, se scoate vasul cu epruveta din exicator, se cîntărește cu precizie de 0,0001 g și se reintroduce în exicator. Se repetă cîntărirea după 72 ore.

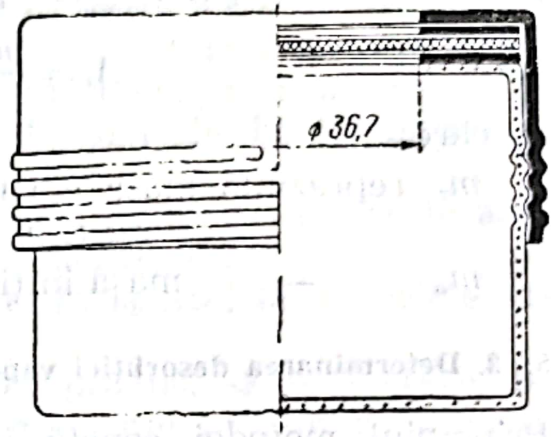


Fig. 16. Vas Herfeld.

Permeabilitatea la vapori de apă ($P_v$) se calculează cu relația:

$$P_v = \frac{m_{24} - m_{72}}{2} \cdot 1000 \left[\frac{\text{mg}}{10\ \text{cm}^2\ \text{și}\ 24\ \text{ore}}\right],$$

în care:

$m_{24}$ reprezintă masa vasului (inclusiv epruveta) după 24 de ore, în g;

$m_{72}$ — masa volumului (inclusiv epruveta) după 72 de ore, în g;

### 5.7.2. **Determinarea absorbției vaporilor de apă**

Principiul metodei constă în menținerea epruvetelor în contact cu vaporii de apă în condiții stabilite și se determină, prin cîntărire, cantitatea de vapori de apă absorbiți.

Din proba de analizat se taie minimum 4 epruvete, de formă circulară, cu diametrul de 60 mm, de la o distanță de cel puțin 100 mm de marginile materialului. Epruvetele se condiționează timp de 24 ore, în atmosferă standard. După condiționare, cu o precizie de 0,0001 g se cîntăresc și se suspendă, cu ajutorul unor cleme, de



Scanned with OKEN Scanner

grătarul exicatorului, astfel încît să fie distanțate una față de cealaltă, la cel puțin 20 mm. În exicator se introduce apă distilată și se menține timp de 24 ore în termostat, după care se cîntăresc din nou epruvetele, cu precizie de 0,0001 g. În cazul în care se urmărește trasarea unei curbe pentru stabilirea absorbției vaporilor de apă în funcție de timp, se vor face cîntăriri și după 2, 4 și 8 ore.

Absorbția vaporilor de apă ($A_v$) se calculează cu relația:

$$A_v = \frac{m_t - m_o}{m_o} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m_t$ reprezintă masa epruvetei după menținerea pe o durată de timp $t$, în contact cu vaporii de apă, în g;

$m_o$ — masa inițială a epruvetei, în g.

### 5.7.3. Determinarea desorbției vaporilor de apă

Principiul metodei constă în menținerea epruvetei în atmosferă standard după ce a fost supusă în prealabil absorbției vaporilor de apă, pe o perioadă de timp, în condiții stabilite și se determină (prin cîntărire) cantitatea de apă evaporată din produs.

Pentru determinarea desorbției vaporilor de apă se cîntăresc 4 epruvete climatizate și se mențin în contact cu vaporii de apă în condițiile descrise la determinarea absorbției vaporilor de apă. Se suspendă apoi epruvetele de grătarul exicatorului cu azotat de amoniu sau azotit de sodiu, după care acesta se introduce în termostat și se menține la temperatura de (20±2)°C, timp de 24 ore.

După 24 ore se cîntăresc epruvetele cu precizie de ±0,0001 g. Dacă în laborator se poate realiza atmosferă standard, epruvetele se mențin timp de 24 ore în laborator, fără să se mai introducă în termostat.

Desorbția vaporilor de apă ($D_v$) se calculează cu relația:

$$D_v\% = \frac{m_1 - m_2}{m_o} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa epruvetei, după menținerea în contact cu vaporii de apă, timp de 24 ore, în g;

$m_2$ — masa epruvetei, după ce a cedat vaporii de apă timp de 24 ore, în g;

$m_0$ — masa inițială a epruvetei, în g.



Scanned with OKEN Scanner

## 6. Tehnica măsurării impermeabilității

În finisarea materialelor textile, un loc important îl ocupă finisarea hidrofobă, care face ca domeniul de utilizare al produselor textile să se extindă. Materialele tratate hidrofug și impermeabil, cu efect permanent sau nepermanent, determină metode de apreciere diferite.

Prin tratarea hidrofobă, capilaritatea, absorbția apei, diametrul porilor se micșorează. Aceste caracteristici stau la baza metodelor de analiză, care se pot împărți în trei mari grupe și anume:

— determinarea absorbției de apă la articole hidrofobizate și impermeabile;

— determinarea rezistenței la presiunea apei, în funcție de acoperire a porilor, în special la articolele impermeabile;

— determinarea efectului de perlare, în special la articolele hidrofobizate.

Se recomandă ca la aprecierea unui produs, să se lucreze, pe cît posibil, cu două metode care determină doi parametrii diferiți. Se mai poate stabili și gradul de rezistență a finisării hidrofobe sau impermeabile la spălare cu apă sau la curățare chimică. Unii autori, între care și M. Kelmer, recomandă ca analiza să se facă înainte de confecționare.

Absorbția de apă se poate determina prin stropirea probei sau prin cufundarea ei în apă. Cele mai răspîndite metode preconizează stropirea probelor în instalații de ploaie artificială și determinarea absorbției de apă, în procente raportate la materialul uscat înainte de analiză.

Metoda cu ploaie, în funcție de solicitarea probei, se poate împărți în:

— metode la care proba este în nemișcare;

— metode la care, concomitent cu stropirea, are loc și frecatul probei.

### 6.1. Determinarea rezistenței la stropire

Capacitatea materialelor textile (țesături, tricoturi și alte materiale similare) de a rezista la stropire se efectuează prin metodele:

— determinarea masei de apă, absorbită de epruvete supuse încercării și care sînt în nemișcare;

— determinarea masei de apă, absorbită de epruvete în mișcare supuse încercării;

— încercarea Spray — test de apreciere calitativă a absorbției apei prin compararea epruvetelor cu o scară de etalonare.



Scanned with OKEN Scanner

*Determinarea rezistenţei la stropire a materialelor textile în nemişcare*

Epruveta din material textil, climatizată şi cîntărită în prealabil, se aşază în poziţie înclinată, la 45° faţă de orizontală şi se stropeşte cu apă, în condiţii stabilite privind debitul de apă, înălţimea de cădere a stropilor şi durata. Se cîntăreşte epruveta umezită şi se determină masa de apă absorbită.

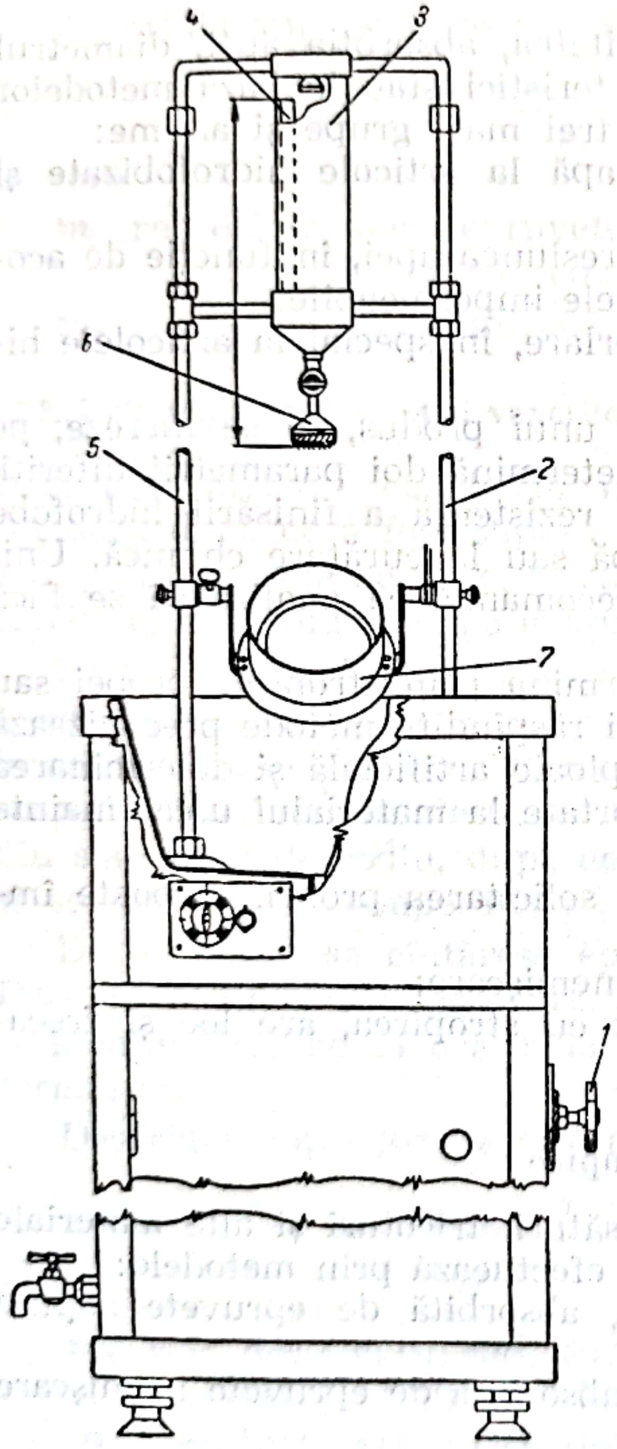



Fig. 17. Aparat pentru determinarea rezistenţei la stropire.

Aparatul utilizat se compune din următoarele părţi principale:

— dispozitiv de stropire;

— dispozitiv de fixare a epruvetei;

— recipient cu apă distilată;

— vas de colectare a apei.

Modul de funcţionare a aparatului este prezentat în figura 17.

Apa este condusă în aparat prin intermediul unui furtun de cauciuc. Debitul este reglat cu ajutorul robinetului (*1*). Apa trece, prin braţul (2) al stativului tubular, în recipientul (3), iar excesul de apă se scurge prin celălalt braţ (5) al stativului. Nivelul apei în recipient este reglat cu ajutorul unui preaplin *(4)*. Partea de jos a recipientului se termină cu un robinet. Dispozitivul de stropire (6) este fixat la acest robinet şi este prevăzut pe faţa convexă cu tubuleţe cu diametrul interior de 0,82 mm şi lungimea de 6 mm, distribuite astfel încît orificiul central să fie înconjurat de 2 inele concentrice. Inelul interior are un diametru de 10 mm şi 6 tubuleţe de evacuare, iar inelul exterior are un diametru de 21,4 mm şi 12 tubuleţe de evacuare.

Distanța dintre suprafața convexă a dispozitivului de stropire și capătul superior al tubului de preaplin trebuie să fie de 500 mm. Dispozitivul de fixare (7) a epruvetei, de formă cilindrică, cu diametrul interior de 200 mm și înălțimea de 70 mm, prevăzut la partea superioară cu un capac metalic perforat, iar la partea inferioară cu un capac dintr-un material transparent, pentru a se putea observa trecerea apei prin probă, se montează într-un inel metalic cu ajutorul căruia cilindrul poate căpăta diferite înclinări. Montarea dispozitivului se face astfel încît centrul său să corespundă cu centrul dispozitivului de stropire, iar planul probei fixate să facă un unghi de 45° cu orizontala. Distanța de la dispozitivul de stropire la centrul dispozitivului de fixare a probei este de $500 \pm 3$ mm. Cilindrul metalic pentru presarea epruvetei umede este montat pe un ax, prevăzut cu un mîner pentru acționarea cilindrului și care are masa de 1 000 g, diametrul de 50 mm și lungimea de 150 mm.

Pentru determinarea rezistenței la stropire se taie 4 epruvete cu diametrul de 220 mm. Se climatizează în atmosferă standard timp de 24 ore și se cîntăresc cu precizie de $\pm 0{,}0001$ g. Se așază cu fața finisată în sus, pe dispozitivul de fixare a epruvetei, astfel încît să se asigure o netezire uniformă a materialului. În cazul țesăturilor, direcția urzelii trebuie să corespundă cu direcția jetului de apă. Aparatul se pune în funcțiune lăsînd să cadă apa pe epruvetă, timp de 1 minut, cu un debit de $500 \pm 10$ ml/minut, la temperatura de $(20 \pm 2)$°C. După efectuarea determinării, se scoate din aparat epruveta, împreună cu dispozitivul de fixare și se înlătură excesul de apă prin scuturare energică, de cîte două ori pe direcții diametral opuse. Se scoate apoi epruveta, se așază între două hîrtii de filtru duble și se rostogolește pe ea, fără apăsare, cilindrul metalic, executîndu-se o mișcare înainte și una înapoi. Se cîntărește apoi epruveta cu o precizie de 0,0001 g.

Absorbția de apă se calculează cu formula:

$$\text{Absorbția de apă} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa epruvetei condiționate, înainte de determinare, în g;

$m_2$ — masa epruvetei după determinare, în g.

*Determinarea rezistenței la stropire a materialelor textile concomitent cu frecarea*

Se cunoaște că, în timpul ploii, obiectul hidrofob nu stă în perfectă nemișcare. Suportul produsului hidrofobizat — omul — se

Scanned with OKEN Scanner

mişcă, iar materialul se freacă. În aceste cazuri, ploaia este asociată unor solicitări mecanice care se au în vedere la construcţia aparatelor.

Cel mai cunoscut şi, în acelaşi timp, cel mai răspîndit aparat pentru asemenea probe este aparatul de ploaie tip Bundesman, care stă şi la baza unor standarde naţionale (fig. 18).

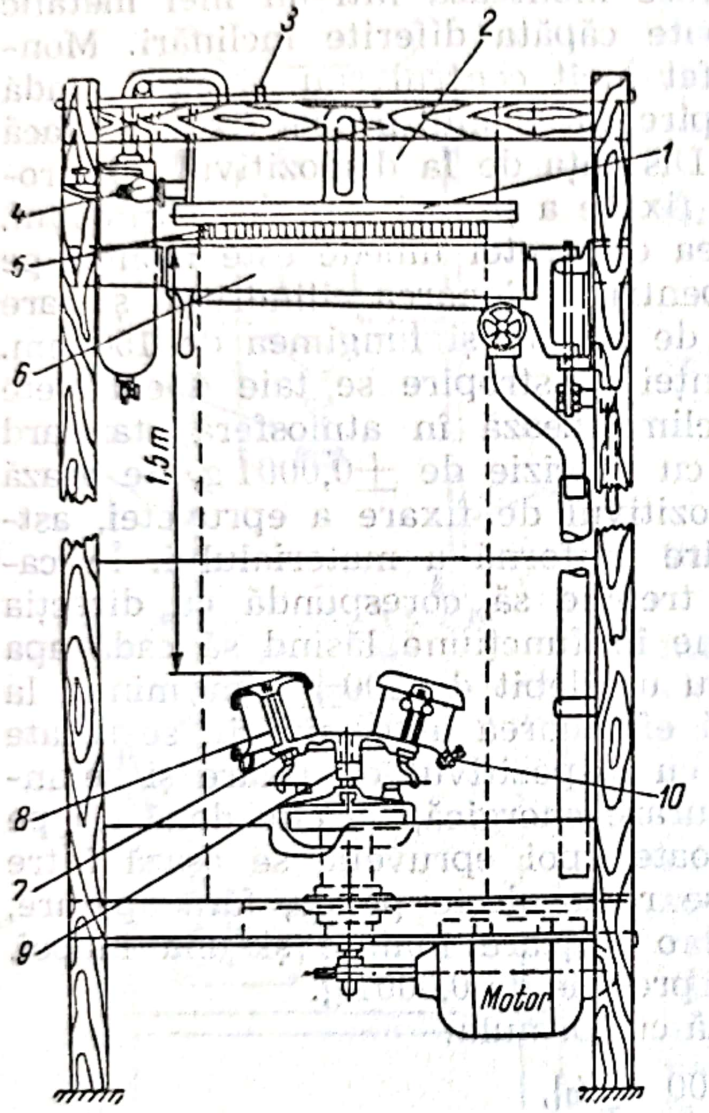



Fig. 18. Aparat de ploaie artificială cu frecarea mostrei:

*1* — dispozitiv de stropire; *2* — bazin de apă; *3* — orificiu pentru aerare; *4* — preaplin; *5* — duze; *6* — vas de colectare; *7* — dispozitiv de fixare a probelor; *8* — cupă; *9* — cruce de fixare a cupelor; *10* — robinet de scurgere.

Aparatul este compus din patru dispozitive de stropire *1*, un bazin de apă *2*, care are un racord de aerare *3* şi un sistem de preaplin *4*, vasul de colectare *6* şi duzele de stropire *5*. Probele sînt fixate într-un dispozitiv *7* de cupele *8*, montate printr-un sistem în cruce *9*. Lateral, se găseşte robinetul de scurgere *10*. Concomitent cu absorbţia de apă (pătrunderea apei), se poate evalua şi efectul de perlare. Aparatul poate fi utilizat şi pentru produse impermeabile.

Frecarea se face tot timpul cu o presiune constantă pe partea interioară a probei, producînd o modificare vizibilă a absorbţiei de apă, o micşorare a efectului de perlare şi o dispersie mai mică a rezultatelor.

Se iau, în general, patru probe cu un diametru de cca 13 cm, care se taie pe diagonală. Probele se climatizează şi se cîntăresc.

Aparatul are următoarele caracteristici: înălţimea de cădere a picăturilor 150 cm, cele 300 duze dispuse circular şi mărimea duzelor cu diametrul de 0,4 mm, mărimea picăturilor 0,65 mm şi viteza picăturilor 85—90 picături/minut.

Înălţimea apei în bazin se reglează astfel ca în fiecare vas să cadă $100 \pm 2$ ml/minut. Aparatul are patru locuri de lucru, efec-

tuîndu-se toate patru probele concomitent. Probele se fixează cu inele.

Suprafața de contact este de circa 80 $cm^2$.

Înaintea fiecărei analize se încearcă caracteristicile de cădere a ploii timp de 1 minut. Timpul de cădere a ploii se face în 6 faze și anume:

— 1×5 minute;
— 4×10 minute;
— 1×15 minute.

După fiecare interval de timp se scot probele, se îndepărtează excesul de apă și se cîntăresc. Concomitent se măsoară și apa căzută în vas. Se poate întrerupe numărul de faze, dacă două din ele dau aceleași valori, foarte apropiate.

$$\text{Cantitatea de apă absorbită după un interval dat} = \frac{G_1 - G_2}{G_2} \cdot 100 \ [\%].$$

în care:

$G_1$ este masa probei după îndepărtarea excesului de apă, în g;

$G_2$ — masa inițială a probei climatizată, în g.

Cantitatea de apă pătrunsă se măsoară și se exprimă direct în ml. Rezultatele obținute se pot exprima și grafic. Pe abscisă se înscriu durata de stropire (în minute) și pe ordonată cantitatea procentuală de apă absorbită, respectiv cantitatea de apă pătrunsă.

## 6.2. Încercarea Spray — Text

Încercarea Spray — Test constă în stropirea cu apă a unei epruvete de material textil, așezată în poziție înclinată la 45° față de orizontală, în condiții stabilite privind debitul de apă, înălțimea de cădere a stropilor și durata. Se compară apoi epruveta umezită cu o scară de etalonare.

Dispozitivul „Spray — Test“ (fig. 19) se compune din următoarele părți principale:

*a.* dispozitiv de stropire (*1*), a cărui față convexă este prevăzută cu orificii cu diametrul de 0,9 mm, distribuite astfel încît orificiul central să fie înconjurat de două inele concentrice de orificii.

Inelul interior are un diametru de 10 mm și 6 orificii, iar inelul exterior un diametru de 21,4 mm și 12 orificii;

*b.* pîlnie de sticlă (*2*), cu diametrul de 150 mm, avînd la partea inferioară fixat, prin intermediul unui tub flexibil (*3*) cu diametrul de circa 10 mm, dispozitivul de stropire.

Ansamblul dispozitiv de stropire — pîlnie de sticlă se montează pe inelul (4) al unui suport metalic (5). Inelul (4) este protejat cu cauciuc;

c. dispozitiv de fixare (6) a epruvetei, constituit dintr-o ramă metalică circulară cu diametrul interior de 150 mm.

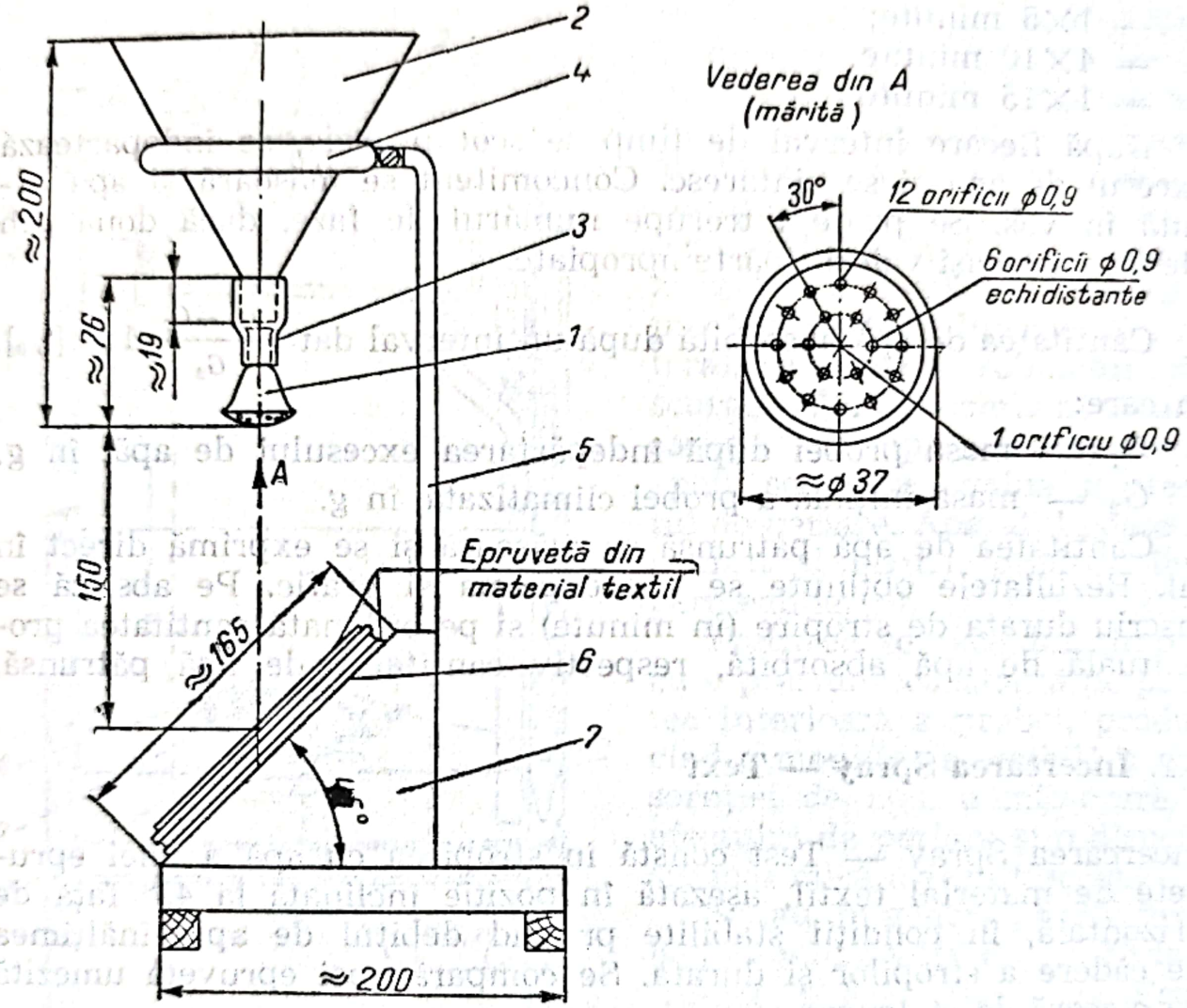



Fig. 19. Dispozitiv Spray-Test.

Dispozitivul de fixare se așază pe un suport de lemn (7), înclinat la 45° față de orizontală, astfel încît centrul ramei să coincidă cu centrul dispozitivului de stropire.

Distanța de la centrul dispozitivului de stropire la centrul dispozitivului de fixare al epruvetei trebuie să fie de 150 mm.

*d.* scară de etaloane, conform figurii 20.

Semnificația fiecărui etalon este dată în tabelul alăturat. Scara de etaloane se procură de la laboratorul de specialitate autorizat de organul central coordonator al industriei textile.

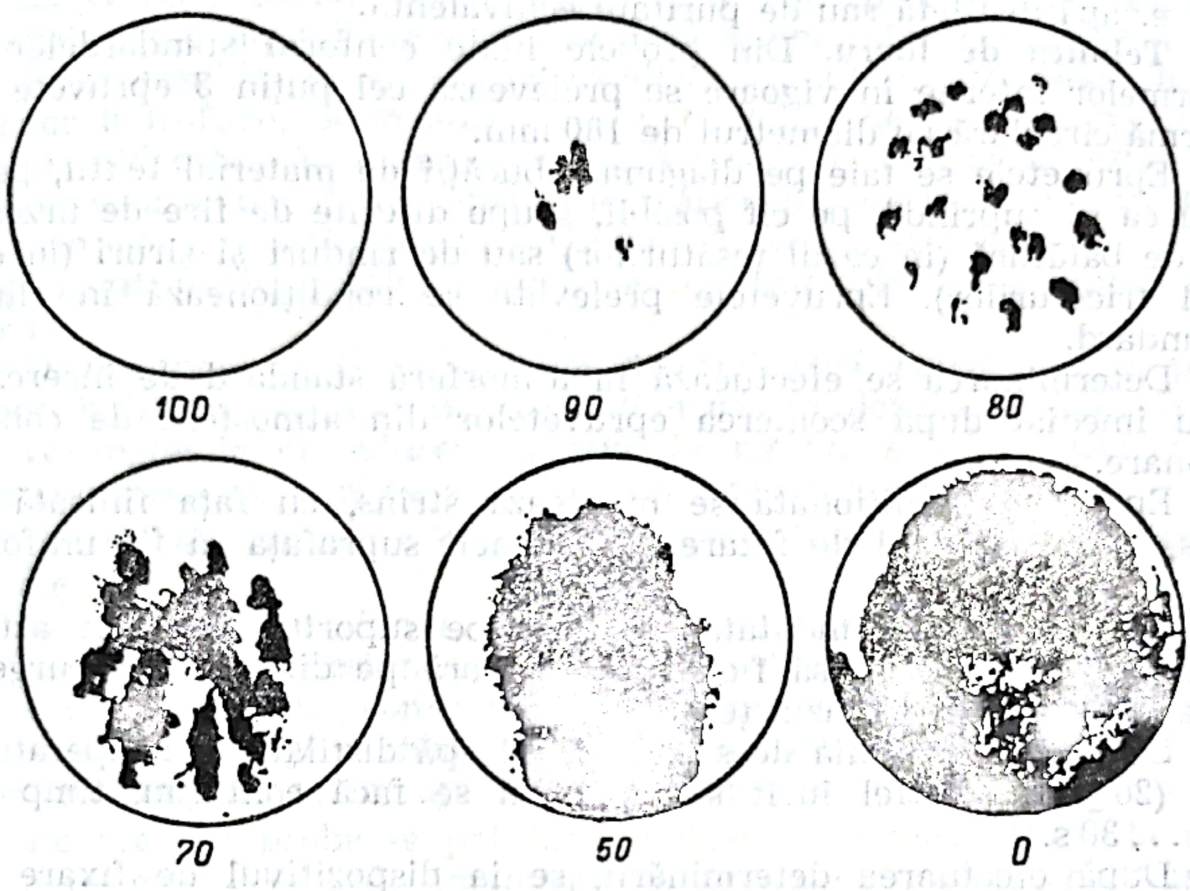



Fig. 20. Scară de etaloane.

| Nr. etalonului | Semnificația |
|---|---|
| 100 | Suprafața superioară a epruvetei nu prezintă nici o umezire și nici o picătură de apă aderentă. |
| 90 | Suprafața superioară a epruvetei nu prezintă nici o umezire și numai mici picături de apă aderentă. |
| 80 | Suprafața superioară a epruvetei prezintă umezire în mici zone separate. |
| 70 | Suprafața superioară a epruvetei se umezește mai mult de jumătate. Aceasta apare de obicei prin reunirea a mici zone separate. |
| 50 | Suprafața superioară a epruvetei se umezește în întregime. |
| 0 | Atît suprafața superioară cît și cea inferioară se umezește în totalitate. |

*e.* apă distilată sau de puritate echivalentă.

**Tehnica de lucru.** Din probele luate conform standardelor și normelor interne în vigoare se prelevează cel puțin 3 epruvete de formă circulară cu diametrul de 180 mm.

Epruvetele se taie pe diagonala bucății de material textil, pentru ca să cuprindă, pe cît posibil, grupe diferite de fire de urzeală și de bătătură (în cazul țesăturilor) sau de rînduri și șiruri (în cazul tricoturilor). Epruvetele prelevate se condiționează în climă standard.

Determinarea se efectuează în atmosferă standard de încercare sau imediat după scoaterea epruvetelor din atmosfera de condiționare.

Epruveta condiționată se montează strîns, cu fața finisată în sus, în dispozitivul de fixare, astfel încît suprafața să fie uniform netezită.

Epruveta astfel montată se așază pe suportul de lemn astfel încît direcția urzelii să fie perpendiculară pe direcția de scurgere a apei pe probă (în cazul țesăturilor).

Se toarnă în pîlnia de sticlă 250 ml apă distilată la temperatura de (20±2)°C, astfel încît stropirea să se facă continuu, timp de 25 . . . 30 s.

După efectuarea determinării, se ia dispozitivul de fixare cu epruveta și se scutură energic cu mîna, de cîte două ori pe direcții diametral opuse, pentru îndepărtarea excesului de apă.

Pentru evaluarea rezultatelor se compară fiecare epruvetă cu scara de etaloane. Se atribuie fiecărei epruvete încercate numărul etalonului al cărui aspect este cel mai apropiat de acela al epruvetei.

## 6.3. Încercarea la presiune hidrostatică

Prin aceasta se stabilește forța de rezistență pe care o opune o suprafață textilă unei coloane de apă.

Rezistența la apă este completă în cazul produselor impermeabilizate prin depunerea unui film continuu de produs neporos sau prin astuparea porilor prin stratificare (cașerare) sau gumare.

Pătrunderea apei este condiționată, în primul rînd, de diametrul și lungimea porilor.

Aparatele și dispozitivele create în vederea determinării acestei rezistențe pot lucra după următoarele metode menționate mai jos:

— variația coloanei de apă care apasă pe probă;



Scanned with OKEN Scanner

— variația timpului de încercare, la care o anumită presiune a apei sau o anumită energie cinetică a apei sînt constante.

Încercarea la presiune hidrostatică se aplică, îndeosebi, țesăturilor hidrofuge, permeabile la aer, cu masa peste 150 g/m². Presiunea hidrostatică pe care o suportă țesătura reprezintă rezistența acesteia la pătrunderea apei. Încercarea la presiune hidrostatică este în concordanță directă cu comportarea țesăturilor supuse, în timpul utilizării, presiunii apei pe o durată de timp scurtă sau medie.

Dispozitivele utilizate pentru determinarea rezistenței la presiune hidrostatică cuprind: dispozitive de prindere a probei, dispozitive reglabile de aducere a apei la mostră și dispozitive pentru stabilirea coloanei de apă necesare (manometru).

La probele care se efectuează se pot aplica o serie de variante, ca d.e.:

— se crește presiunea pînă apar pe probă 3 picături de apă;

— se crește presiunea pînă apare prima picătură; se oprește și se urmărește dacă continuă să treacă sau nu;

— se crește presiunea pînă la o înălțime prescrisă și se urmărește timpul necesar apariției primelor 3 picături.

Pe aceleași probe se pot face analize de permeabilitate la aer, ceea ce este destul de important la produsele impermeabilizante.

**Tehnica de măsurare.** Aparatura folosită este constituită în principal din una sau mai multe cuve de încercare și trebuie să corespundă următoarelor condiții:

Să asigure fixarea epruvetei astfel încît:

— să stea în poziție orizontală;

— o suprafață de țesătură de maximum 100 cm² să fie supusă, pe fața inferioară, presiunii apei;

— în timpul efectuării determinării să nu se producă scurgeri de apă pe la sistemul de prindere;

— pentru evitarea unor asemenea pierderi de apă se recomandă în cazul anumitor tipuri de aparate, ca sistemul de prindere să fie prevăzut cu garnituri de cauciuc de calitate corespunzătoare;

— să nu alunece în sistemul de prindere;

— să fie redusă la minimum tendința apei de a se scurge pe lîngă marginea sistemului de prindere.

Apa utilizată trebuie să fie apă distilată sau de puritate echivalentă și să fie menținută, în tot timpul efectuării determinării, la temperatura de $(20 \pm 1)°C$.

Presiunea hidrostatică trebuie să crească cu $981 \cdot 10^{-5} \pm 49 \cdot 10^{-5}$ bar/minut ($10 \pm 0{,}5$ cm $H_2O$/minut).



Scanned with OKEN Scanner

Manometrul legat la cuva (cuvele) de încercare trebuie să înregistreze presiuni pînă la 20 000 bar (200 cm $H_2O$) funcţie de tipul şi contextura ţesăturii şi să permită citirea presiunii hidrostatice cu o precizie de $49 \cdot 10^{-5}$ bar (0,5 cm $H_2O$).

— în cazul folosirii unui singur manometru pentru mai multe cuve, montajul acestuia va fi astfel făcut încît legătura cu fiecare cuvă să poată fi întreruptă separat. Acest montaj are drept scop să împiedice pierderea unei cantităţi prea mari de apă prin epruvetă (epruvete) după pătrunderea acesteia prin trei locuri; în cazul celor mai multe tipuri de aparate, o astfel de pierdere poate reduce în mod apreciabil viteza de creştere a presiunii la epruvetele în curs de încercare.

Înainte de prelevarea epruvetelor se recomandă ca probele să se manipuleze cît mai puţin posibil şi să se evite călcarea, plierea bruscă sau aplicarea oricărui fel de tratament care ar putea influenţa rezultatele încercării.

Se prelevează, din locuri diferite, cîte patru epruvete din fiecare probă. Epruvetele vor avea formă pătrată sau circulară, funcţie de forma cuvei astfel încît să se asigure o bună fixare a acestora pe cuvă.

— pentru cele mai multe tipuri de aparate, cele mai convenabile epruvete sînt cele de formă pătrată cu dimensiunile de 7,5× ×7,5 cm. Epruvetele se condiţionează timp de minimum 24 ore în atmosferă standard de condiţionare.

Înainte de fixarea epruvetei, se şterge bine de apă, dispozitivul de strîngere.

Pentru obţinerea unei suprafeţe a apei fără bule de aer, se utilizează una din metodele de mai jos, descrise în ordinea preferinţei:

— se goleşte cuva (cuvele) de încercare şi se umple din nou cu o cantitate suficientă de apă proaspăt distilată;

— se umple cuva (cuvele) cu apă pînă la debordare; se trece peste suprafaţa apei cu o riglă (baghetă) din sticlă proaspăt acoperită cu parafină.

Epruveta condiţionată, cu faţa ţesăturii în jos, se fixează, bine întinsă, pe marginea cuvei, cu ajutorul dispozitivului de strîngere. În cazul utilizării unui aparat cu cuvă pătrată, epruveta se va aşeza astfel încît firele de urzeală şi cele de bătătură să fie paralele cu marginile cuvei.

Între faţa inferioară a epruvetei şi suprafaţa apei se lasă un spaţiu de aer, pentru a se evita în acest fel pătrunderea apei prin epruvetă înainte de începerea determinării. Creşterea presiunii de apă se începe imediat după fixarea epruvetei.



Scanned with OKEN Scanner

În tot timpul determinării se supraveghează, fără întrerupere, epruveta, pentru a prinde momentul trecerii apei prin aceasta.

— Se va evita prezența în laborator, în timpul determinării, a vaporilor de lichide organice volatile, ca d.e. eterul etilic care poate să influențeze asupra rezultatelor.

Se notează valoarea presiunii hidrostatice, cu o precizie de $49 \cdot 10^{-5}$ bar (0,5 cm $H_2O$) în momentul trecerii apei prin cel de al treilea punct.

Se consideră punct de trecere orice loc unde o picătură de apă apare inițial sub forma unei picături foarte fine și se dezvoltă ulterior pînă ajunge la un diametru de aproximativ 1,5 mm.

Nu se iau în considerație:

— locurile unde apar picături foarte fine care nu cresc în continuare;

— picăturile care se formează succesiv în același punct.

În cazul cînd trecerea apei prin cel de al treilea punct se produce pe marginea sistemului de prindere, la o presiune mai scăzută decît cea mai scăzută presiune hidrostatică înregistrată la alte epruvete din aceiași probă, determinarea se repetă pe noi epruvete.

Se calculează, pentru fiecare probă, media aritmetică a presiunilor hidrostatice înregistrate pe 4 epruvete.

Rezultatele celor patru determinări individuale precum și media aritmetică a acestora se exprimă în bari (centimetri coloană de apă), cu precizie de $49 \cdot 10^{-5}$ bar (0,5 cm $H_2O$).

*Metode cu presiune constantă și cu durata de încercare variabilă*

Efectul de impermeabilizare se poate aprecia și prin timpul în care o probă tratată suportă greutatea unei coloane constante de apă. Cea mai cunoscută metodă este proba cu covată. Proba de analizat se montează pe o ramă, formînd o covată. Se umple cu apă pînă la o înălțime variind între 5—20 cm apă, în funcție de desimea probei. Înălțimea se măsoară în punctul cel mai adînc pe care îl formează covata. Rezultatul se poate exprima, fie notînd timpul în care apar primele picături, pe cealaltă parte a probei, fie notînd cantitatea de apă ce trece în decurs de 24 ore.

Trebuie menționat că această metodă este indicată, îndeosebi pentru țesături grele, tip foaie de cort și prelate.

O variantă a probei este metoda prin care se folosește o pîlnie, la care proba se fixează într-o pîlnie de sticlă. Metoda este aplicată, în special, la țesături mai ușoare, întrucît acestea nu se pot prinde sub formă de covată.



Scanned with OKEN Scanner

### 6.4. Determinarea efectului de perlare

La probele bine hidrofobizate, apa formează, pe suprafața materialului, perle mai mici sau mai mari, în funcție de efectul impregnării.

Pe un material așezat sub un unghi de 15° se picură cu o pipetă apă distilată (100 picături/cm²), cu o viteză de două picături pe secundă în care se dizolvă un colorant cu intensitate mare (eosină, rodamină).

După picurare și uscare se apreciază în ce măsură materialul a fost umezit, prin măsurarea porțiunilor colorate.

Este bine a menține cît mai constante diametrul picăturilor și numărul lor în unitatea de timp.

Probele care se fac pentru stabilirea efectului de hidrofobizare și impermeabilizare trebuie să urmărească și rezistența acestor efecte. În acest scop se face proba la spălare cu săpun și sodă la 40—60°C (spălări repetate), la curățire chimică și la intemperii. Se compară rezultatele și se apreciază efectul de stabilitate și rezistență a hidrofobizării și impermeabilității.

## 7. Determinarea comportării materialelor textile la încercarea ignometrică

Producerea aprinzibilității produselor textile constituie o preocupare a cercetătorilor pentru îmbunătățirea finisării ignifuge și în special pentru verificarea și controlul aptitudinii materialelor textile de a rezista la acțiunea flăcării.

Astăzi, prin norme standardizate, se solicită protecție antifoc la următoarele articole textile:

— produsele textile din teatre, cinematografe și alte localuri publice;

— produse textile din locuințe (perdele, draperii, cuverturi de pat și de mese, tapete, covoare și alte materiale cu care se acoperă pardoselile;

— produsele textile din camerele copiilor, bătrînilor, invalizilor;

— produsele textile utilizate la confecționarea corturilor, capotelor;

— produsele textile pentru protecție;



Scanned with OKEN Scanner

— produsele textile utilizate în construcția mijloacelor de transport auto, nave, aeronave etc.;

În metodologia determinării modului de comportare a produselor textile la acțiunea unei surse termice se folosește o anumită terminologie proprie și anume:

Durata de aprindere este timpul scurs din momentul contactului unui material textil cu o flacără cu intensitate constantă, pînă în momentul aprinderii acestuia, respectiv a arderii sale datorită capacității proprii, după îndepărtarea flăcării.

Durata de încercare este timpul de acțiune a flăcării exterioare asupra epruvetei.

Durata de combustie este timpul de ardere a epruvetei, după stingerea flăcării. Acest indicator reflectă viteza cu care un incendiu se poate propaga de la locul aprinderii în diferite direcții. Se cunoaște că sînt fibre care se topesc la o temperatură mai scăzută decît cea a punctului de aprinzibilitate.

Durata de incandescență este timpul scurs din momentul stingerii flăcării, pînă la dispariția ultimei scîntei luminiscente.

Incandescența remanentă este timpul scurs de la încetarea arderii cu o flacără a epruvetei pînă la stingerea jarului (cărbunelui incandescent), exprimat în secunde.

Lungimea de ardere (lungimea la sfîșiere) este lungimea degradată sub acțiunea flăcării, măsurată în cm, de la muchia inferioară a epruvetei pînă la capătul din partea de sus.

Modurile de aprindere, durata de aprindere, felul flăcării, combustibilitate și comportarea la ardere depind de metoda de încercare folosită.

Relația dintre domeniul căreia îi este destinat produsul textil (tapete, perdele, îmbrăcăminte de copii, lenjerie de pat pentru cămine, spitale) și gradul de aprinzibilitate este determinată pentru tehnica de aplicare a metodelor, structura aparatelor care servesc testele, metodica exprimării și interpretării rezultatelor.

Testele de încercare a rezistenței materialelor textile la foc se pot grupa după cum urmează:

*a.* Testul cu epruvete dispuse vertical în cadrul căruia se încearcă probele de țesături și tricoturi pentru epruvete expuse unui arzător cu flacără așezat la capătul de jos al probei; după un anumit timp, flacăra exogenă se îndepărtează, apoi se măsoară durata de combustie a epruvetei și lungimea zonei distruse.

*b.* Testul Apex, în cadrul căreia sînt folosite tot epruvete verticale, montate însă de o parte și de alta a unui suport din țesătură de sticlă; la baza epruvetelor se află o fîșie de țesătură compusă din 65% fibre poliesterice și 35% bumbac, care se aprinde



Scanned with OKEN Scanner

cu ajutorul chibritului și se lasă să ardă timp de 30 s; acest test redă mai real condițiile în care sînt expuse produsele textile la ardere.

c. Testul Intendence, în cadrul căruia epruveta este dispusă vertical și supusă flăcării produse de combustia a 2 $cm^3$ alcool etilic de 96°, timp de cca 3 minute. Se consideră că proba corespunde din punct de vedere ignifug dacă:

— după combustia alcoolului nu mai persistă nici o flacără;
— după 10 s nici un punct nu intră în procesul de ardere;
— după 30 s nu emite fum;
— zona carbonizată nu depășește o anumită suprafață.

d. Testul cu epruvetele dispuse orizontal, între două cadre (metoda americană 5 906 și norma germană DIN 53 907).

Testele aplicabile covoarelor caracterizate prin faptul că încearcă să imite situația creată în momentul aruncării unui chibrit aprins sau a jeraticului; pe probă se așază un cilindru de oțel încălzit la temperatură de 800°C sau o pastilă de hexametilen tetramină și după un anumit timp se determină dimensiunile zonei carbonizate și comportarea generală.

În tabelele 15 și 16 se prezintă sintetic particularitățile principalelor metode pentru încercarea ignometrică a țesăturilor.

*Tabelul 15*

**Principalele particularități ale metodelor ignometrice utilizate**

| Metoda | Poziția epruvetei | Dimensiubile epruvetei cm | Sursa flăcării de impuls | Durata flăcării de impuls s. | Parametrii care se determină |
|---|---|---|---|---|---|
| Nr. 69-03 | verticală | 21×28 | 2 $cm^3$ alcool etilic de 96° | 3 | Suprafața carbonizată |
| *AATCC 34-1966* | verticală | 7,5×15 | propan | 12 | Înălțimea de carbonizare |
| *AATCC 33-1966* | la 45° | 5×15 | butan | 1 | Viteza de propagare |
| *DIN 53906* | verticală | 7,5×15 | propan | 4—14 | Înălțimea de carbonizare |
| *BS 2963-A* | verticală | 4×18 | gaz metan | 12 | Coeficientul de rezistență la flacără |
| *BS 2963-B* | la 45° | 5×18 | gaz metan | variabilă | Viteza de propagare |



Scanned with OKEN Scanner

*Tabelul 16*

**Principalele caracteristici ale metodelor ignometrice utilizate**

| Caracteristici | *5902* S.U.A. | *AATCC 34* S.U.A. | Apex | Intendence Franţa | *5906* S.U.A. |
|---|---|---|---|---|---|
| Poziţia probei | vertical | vertical | vertical | vertical | vertical |
| Dimensiunile, mm | 70×355 | 70×254 | 70×254 | 240×300 | 114×318 |
| Numărul probelor | 5 în direcţia urzelii<br>5 în direcţia bătăturii | 3 în direcţia urzelii<br>3 în direcţia bătăturii | 3 în direcţia urzelii<br>3 în direcţia bătăturii | 2 în direcţia urzelii<br>2 în direcţia bătăturii | 5 în direcţia urzelii (în direcţia lungimii) |
| Total | 10 | 6 | 6 | 4 | 5 |
| Sursa de aprindere | bec cu gaz | bec cu gaz | chibrit | alcool 2 $cm^2$ | bec cu gaz |
| Timpul de expunere la flacără, s | 12 | 12 | 30 | cca 3,15 | 5 |
| Starea de condiţionare | 20°C<br>56% *UR* | 20°C<br>65% *UR* | 20°C<br>56% *UR* | 20°C<br>65% *UR* | 4 ore la 60°C |
| Măsurarea | timpul de combustie cu flacără | timpul de combustie cu flacără | lungimea zonei carbonizate | | timpul necesar flăcării pt. a parcurge 254 mm din probă |

Metodele menţionate sînt utile deocamdată, deoarece fac posibilă o apreciere prin comparaţie şi permit respingerea produselor care nu corespund unor anumite exigenţe.

## 7.1. Determinarea gradului de inflamabilitate — metodă R.S.R.

Metoda pentru determinarea gradului de inflamabilitate utilizată în R.S.R. permite stabilirea următorilor indicatori:

— durata de propagare a flăcării;

— durata de menţinere a jarului;

— lungimea zonei degradate prin carbonizare;

În afară de indicatorii ignometrici menţionaţi, s-a determinat şi pierderea de masă prin ardere, precum şi mărimea suprafeţei

carbonizate prin efectul încercării. Ignometrul utilizat pentru determinarea indicatorilor menționați este format din:

— o cutie metalică paralelipipedică cu geam, prevăzut cu o deschidere pentru evacuarea fumului degajat (fig. 21, *a*);

— o ramă metalică pătrată demontabilă, în care se fixează capetele de sus ale epruvetelor (20×20 cm), solidară cu un ax ce-i permite rotirea sub unghiuri de diferite mărimi;

— o capsulă metalică pentru alcool, cu volumul de 25 ml, fixabilă cu ajutorul unei pîrghii;

— un braț metalic rabatabil pentru fixarea becului de gaz culisant pe o riglă gradată;

— o placă metalică (25×25 cm), prevăzută cu un obturator central cu diametrul de 10 mm, pentru flacără;

— un suport cu patru picioare, pentru aparat (fig. 21, *b*).

Așadar, ignometrul dă posibilitatea efectuării încercărilor atît la flacăra de gaz (debit 0,125 l/minut), cît și la flacăra de alcool, combustia nedepășind însă 60°C, în timpul încercării.

Eficacitatea tratamentului de ignifugare se apreciază pe baza: pierderilor de greutate, diametrul găurii care se produce prin ardere, timpului de menținere a flăcării și jarului.

Pentru executarea încercării la foc, se scoate rama metalică din aparat pe care se fixează proba de încercare (fig. 21, *c*) bine întinsă. Se introduce apoi rama metalică cu proba de analizat în aparat, se fixează pe axul său și se rotește dispozitivul de fixare a unghiurilor sub care urmează să se facă încercările pînă cînd indicatorul este adus în dreptul lui zero. În această situație, proba textilă va avea o poziție perfect orizontală.

Se fixează tabla metalică cu obturatorul, la 5 cm mai jos de probă, pe suporturile metalice prinse de peretele cutiei. Peste această tablă se așază placa de azbest, care are rolul de a feri proba de o temperatură prea înaltă.

Dacă încercarea se face cu alcool, capsula metalică cu 25 ml alcool etilic se fixează pe diagrama *4* de pe scara gradată a brațului susținător. Se aprinde alcoolul, se deschide obturatorul pentru ca flacăra să ajungă la probă, se închide ușa aparatului și se lasă să ardă timp de 3 minute. Pentru încercările ulterioare, se va adăuga alcool pînă la semnul existent pe peretele interior al capsulei.

Dacă încercarea se face cu gaze, fixarea se reglează pe brațul susținător, la distanța de 5,6 cm de placa metalică cu obturator (distanța se măsoară de la capătul becului).



Scanned with OKEN Scanner

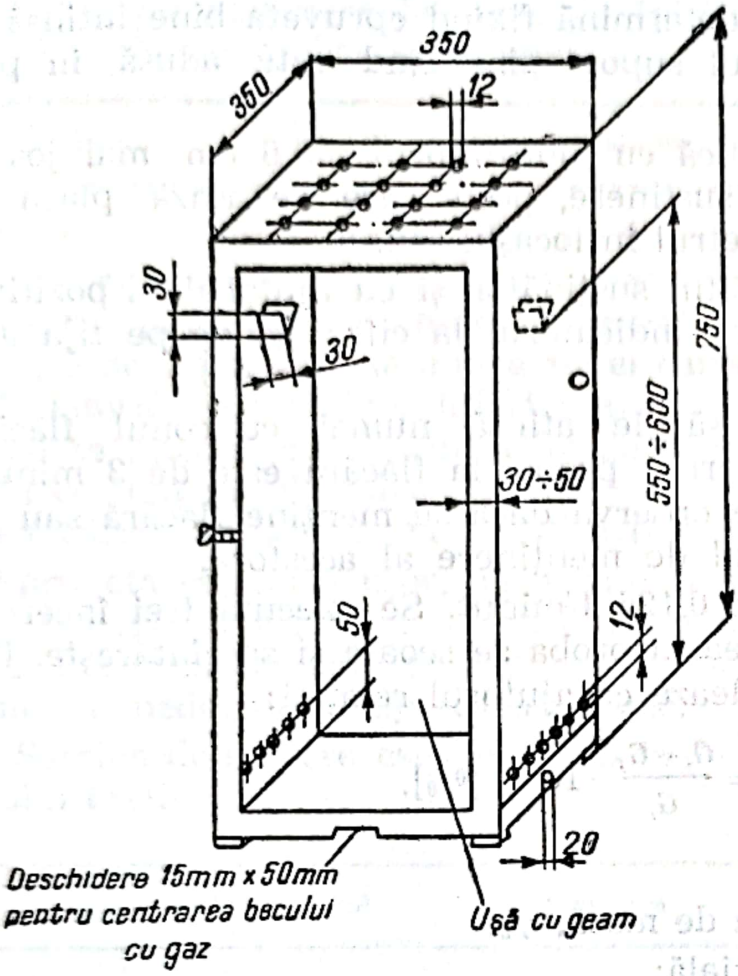
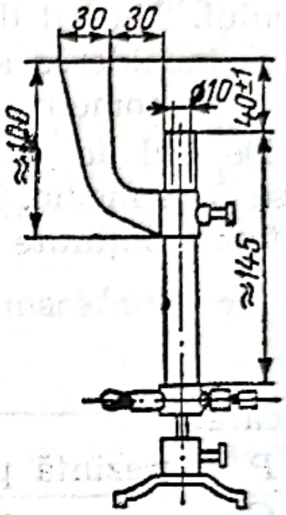



Fig. 21, *a*. Ignometru clasic R.S.R. — Schemă de construcţie.

Fig. 21, *b*. Dispozitiv cu şurub pentru reglarea înălţimii piciorului arzătorului.



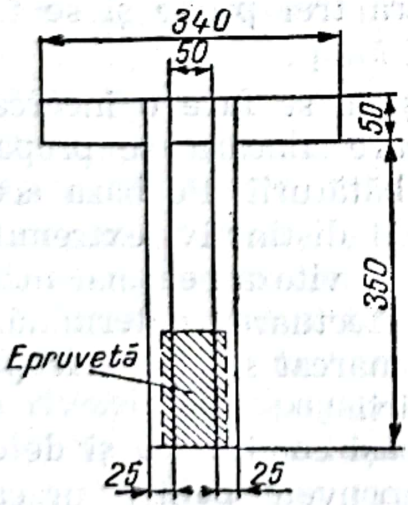




Fig. 21, *c*. Stativ pentru epruvete.

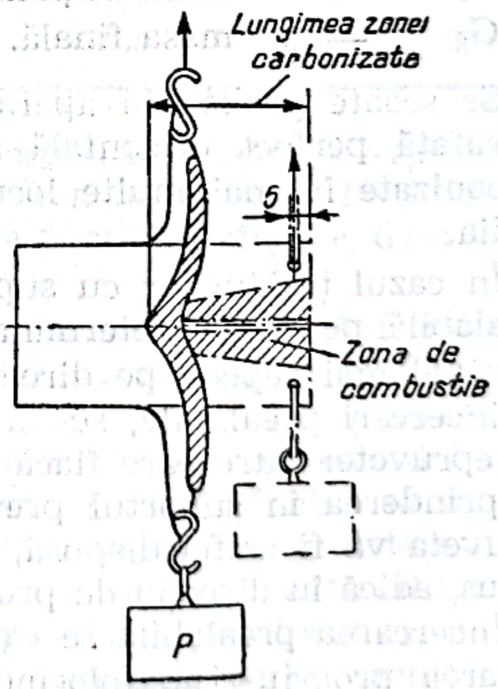



Fig. 21, *d*. Dispozitiv pentru măsurarea lungimii zonei carbonizate.

Pierderea de masă se determină fixînd epruveta bine întinsă pe ramă și rotind dispozitivul suport pînă cînd este adusă în plan orizontal.

Se fixează tabla metalică cu obturatorul la 6 cm mai jos de probă, pe suporturile de susținere, peste care se așază placa de azbest. Se fixează termometrul în locașul său.

Se fixează becul la brațul susținător și cu ajutorul dispozitivului de ridicat se fixează cu indicatorul la cifra 1,5 de pe tija gradată exterioară.

Proba textilă trebuie să fie atinsă numai cu conul flăcării becului. Timpul de expunere a probei la flacără este de 3 minute. După închiderea sursei, se observă dacă se menține flacără sau jar și se cronometrează timpul de menținere al acestora.

Debitul de gaz este de 0,125 l/minut. Se execută trei încercări și se face media. După aceasta proba se scoate și se cîntărește. Rezultatele obținute se calculează cu ajutorul relației:

$$P = \frac{G_i - G_f}{G_i} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$P$ reprezintă pierderea de masă, %;
$G_i$ — masa inițială;
$G_f$ — masa finală.

Se scoate proba din aparat, iar după cîntărire se întinde pe o suprafață perfect orizontală și se măsoară diametrul suprafeței carbonizate în mai multe locuri. Se măsoară trei probe și se face media.

În cazul țesăturilor cu suprafața scămoșată, se face o încercare prealabilă pentru a determina sensul în care flacăra se propagă eventual mai repede pe direcția urzelii și bătăturii. Pe baza acestei încercări prealabile, se va marca, în mod distinctiv, extremitatea epruvetei către care flacăra se propagă cu viteza cea mai mare. La prinderea în suportul prevăzut pentru efectuarea determinării, epruveta va fi astfel dispusă, încît capătul marcat să, fie îndreptat în sus, adică în direcția de propagare a flăcării.

Încercarea prealabilă se execută în aceleași condiții ca și determinarea propriu-zisă, folosind cîte două epruvete pentru urzeală și bătătură, una în direcția orientării fibrelor scămoșate, a doua în direcție contrară.



Scanned with OKEN Scanner

Durata de expunere la sursa de inițiere variază, în funcție de masa specifică a probei, și anume:

| Masa, g/m² | pînă la 100 | 101—200 | 201—300 | 301—500 | 501—750 | peste 750 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Durata, s | 6 | 8 | 10 | 12 | 14 | 16 |

Pentru determinarea lungimii zonei carbonizate, epruveta se găurește de o parte și de alta a zonei carbonizate la 5 mm de marginile laterale și marginea inferioară a epruvetei. În unul din aceste orificii se introduce ușor un cîrlig de care este atîrnată o greutate, iar în celălalt un al doilea cîrlig, cu ajutorul căruia se ridică epruveta încărcată cu greutatea specifică (fig. 21, *d*).

Epruveta se ridică ușor, cu minimum de efort pentru a nu supune materialul textil unei solicitări dinamice. La ridicarea epruvetei, firele carbonizate se rup cu ușurință, iar cînd se ajunge la primul fir nedegradat ruperea încetează.

Sarcina de sfîșiere este evaluată în funcție de masă/m² a materialului textil.

| Masa țesăturii, g/m² | pînă la 200 | 201—450 | 451—750 | peste 750 |
|---|---|---|---|---|
| Greutatea de încărcare exclusiv greutatea cîrligului, daN. | 50 | 100 | 150 | 200 |

Lungimea zonei carbonizate este considerată distanța exprimată în mm, de la extremitatea epruvetei, care a fost expusă la acțiunea sursei de aprindere, pînă la extremitatea porțiunii sfîșiate, de-a lungul epruvetei.

Durata de propagare a flăcării se exprimă în s (fără fracțiuni) și reprezintă media celor 10 determinări pe urzeală și bătătură.

Lungimea zonei de carbonizare se exprimă în mm (fără fracțiuni) și reprezintă media celor 10 determinări pe urzeală și bătătură. Dezavantajul acestui tip de aparat constă în faptul că nu se pot face simultan mai multe determinări. Pentru fiecare determinare a vitezei de propagare a flăcării, printr-un anumit material textil, măsurarea trebuie reluată cu o nouă epruvetă; operatorul nu poate urmări simultan mai multe epruvete. Pe de altă parte, rezultatele sînt afectate de erori relativ mari, întrucît aprecierea prin simplă observare a momentului de aprindere a probei este destul de grea.



Scanned with OKEN Scanner

## 7.2. Metode ignometrice practicate în alte țări

În S.U.A., metodica determinării modului de comportare a produselor textile este reglementată pe plan federal. Prima metodă AATCC-33 presupune condiții mai severe și se aplică produselor textile caracterizate „rezistente la flacără", rezistență obținută în urma unui tratament de ignifugare sau a compoziției alcătuită din fibre neaprinzibile prin natura lor. Epruvetele (7,5×15 cm), sub forma unor fîșii dispuse în plan vertical, se expun timp de 12 s la o flacără de impuls furnizată de becul Bunsen; orificiul va fi situat la 1,9 cm depărtare de capătul inferior al probei. După înlăturarea flăcării de impuls, se notează observațiile cu privire la persistența și durata flacării, precum și la incandescență. De un colț al epruvetei se suspendă o greutate de întindere a cărei valoare depinde de greutatea țesăturii (tabelul 17).

Lungimea ruperii care se va produce sub povara acestei greutăți constituie înălțimea carbonizată.

În cadrul grupului de metode cuprinse în standardul AATCC-34-1969 se fac precizări suplimentare, în ceea ce privește determinarea aprinderii la confecții.

Normele *ASTM* cuprind o gamă mai largă de metode, referitoare la determinarea capacității de ardere a echipamentului de protecție, materialelor textile pentru corturi, salopetelor, păturilor.

*Tabelul 17*

**Valori ale forței de întindere în funcție de masa epruvetei**

| Masa țesăturii g/m² | Forța de întindere aplicată epruvetei daN |
|---|---|
| 56—170 | 113 |
| 170—425 | 227 |
| 425—650 | 340 |
| peste 650 | 454 |

Gradul de ardere se stabilește pe epruvete tensionate pe o rețea inelară ce se rotește cu o viteză egală cu cea a propagării flăcări. Metoda de lucru asigură o reproductibilitate optimă a valorilor obținute, atît pentru materialele textile uzuale ,cît și pentru cele care se topesc.

Se determină:
— timpul arderii cu flacără;
— timpul arderii mocnite;
— lungimea carbonizată.

Prin metodele *AATCC*-33-1962, *FS*-5908-1961, *ASTMD*-1230-61, se depistează produsele periculoase, aprinzibile cu ușurință.

Principiul testului constă în expunerea epruvetei, timp de o s, la flacăra becului Bunsen. Epruveta (5×15 cm) este înclinată la



Scanned with OKEN Scanner

45° (fig. 22). Cînd arderea cu flacără a atins limita superioară a epruvetei, un declanşator automat opreşte cronometrul.

Aparatul cuprinde: o cameră de ventilaţie *1* şi o uşă de manipulare *2*, un suport pentru epruvetă *3*, care permite înclinarea acesteia cu 45°, un arzător de flacără *4* a cărei intensitate termică este prestabilită; o butelie cu butan *5*, care asigură alimentarea flăcării de stimul; un sistem *6* de măsurare a presiunii gazului; un fir de control *7*, care controlează nivelele atinse de flacără în masa epruvetei, un ceasornic *8* care asigură oprirea automată.

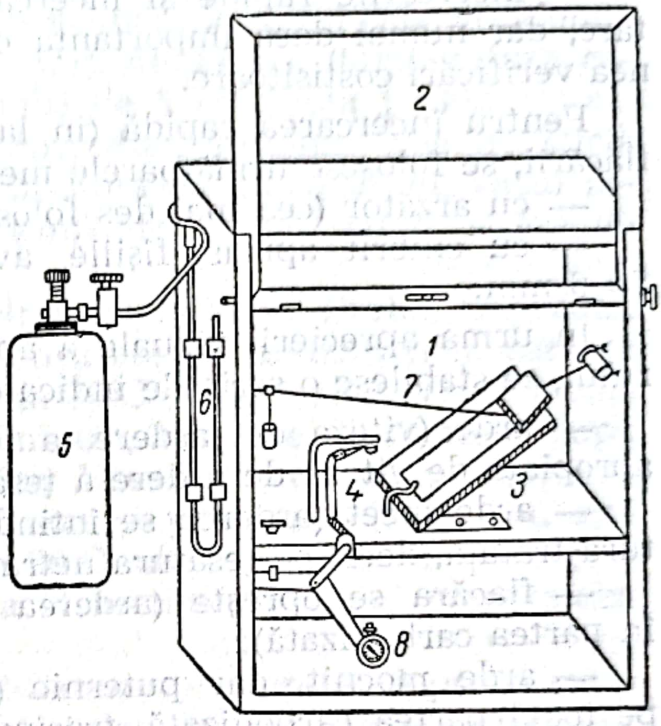



Fig. 22. Ignometru american, test la 45°:
*1* — cameră de ventilaţie; *2* — uşă; *3* — suport pentru epruvete înclinat la 45°; *4* — arzător cu flacără; *5* — butelie de butan; *6* — dispozitiv de măsurare a presiunii gazului; *7* — fir de control; *8* — avertizor pentru oprire automată.

Întreprinderea U.S. Testing Company, construieşte aparate *AATCC* Flammability Tester, cu dispoziţia verticală a probei.

În funcţie de modul în care decurge combustia, se pot ivi următoarele cazuri:

— epruveta arde complet, în perioada de timp măsurată cu ajutorul cronometrului;

— epruveta nu se aprinde, caz în care cronometrul nu indică nimic;

— epruveta se aprinde, dar se stinge înainte ca flacăra să ajungă la nivelul superior, caz în care nu se notează nici o indicaţie a cronometrului;

— epruveta arde cu flacără pînă la semn, notîndu-se durata marcată de cronometru;

— epruveta arde cu flacără, fără combustie şi fără să se topească, caz în care cronometrul nu se opreşte şi nu se notează nici o indicaţie.

*Alte determinări aplicate ţesăturilor ignifugate.* Pentru verificarea calităţii tratamentului ignifug aplicat ţesăturilor, se efectuează următoarele determinări:

— încercarea la acţiunea flăcării;

— încercarea la rezistenţă a ţesăturii înainte de tratament şi după o durată oarecare de exploatare, considerîndu-se că ignifugarea

este nesatisfăcătoare dacă provoacă scăderea rezistenței mecanice sub o anumită limită (la tracțiune, sfîșiere, frecare);

— higroscopicitatea țesăturii tratate, mai ales în cazul folosirii antipirenelor solubile în apă;

— comportarea la acțiunea apei marine, transpirației, spălării și microorganismelor putrezirii, mai ales cînd țesăturile sînt ignifugate cu ajutorul antipirenelor insolubile în apă;

— încercările rapide și încercările în condiții reale de exploatare, dar numai dacă importanța obiectelor tratate justifică asemenea verificări costisitoare.

Pentru încercarea rapidă (în laborator) comparativă la acțiunea flăcării, se folosesc următoarele metode:

— cu arzător (cea mai des folosită);

— cu chibrit aprins, fîșiile avînd de preferință lățimea de 5—6 mm.

În urma aprecierii vizuale a aprinzibilității prin metoda arzătorului, se stabilesc o serie de indicatori și anume:

— arde (viteza de ardere a țesăturii tratate este egală sau apropiată de viteza de ardere a țesăturii netratate);

— arde încet (arderea se întinde cu viteză mai redusă pe țesătura tratată, decît pe țesătura netratată);

— flacăra se oprește (arderea înceată cu flacără s-a localizat în partea carbonizată);

— arde mocnit, dar puternic (arderea mocnită se răspîndește pe toată partea carbonizată, trecînd pe o porțiune neinfluențată de flacăra sursei de aprindere);

— arde mocnit, dar slab (arderea mocnită este localizată pe partea carbonizată).

Pentru determinarea higroscopicității se iau 4 bucăți de țesături sub formă de cerc, cu diametrul de 3—4 cm, se țin în cutii separate timp de 24 ore, în condiții de cameră, apoi în exicator la o umiditate relativă a aerului de 8—100%. Pe baza cîntăririlor și comparării cu probele de țesătură netratată, se determină eventualele modificări ale higroscopicității.

Una dintre variantele metodei pentru determinarea rezistenței la apă necurgătoare constă în tratarea probelor cu apă de conductă timp de 24 ore, la temperatura camerei, într-un vas cu flota 1 : 30; apa de spălare se schimbă de 5 ori.

Conform altei variante, proba fixată de un agitator de formă dreptunghiulară din sticlă, este afundată într-un vas de sticlă cu apă distilată (1 : 30) și agitată timp de o oră la temperatura camerei (turația 40 rot/minut).

Probele se așază apoi între straturi de țesătură și se usucă într-o cameră, după care se măsoară diferența de greutate prin cîntărire. Din acel moment, probele pot fi folosite la încercarea la flacără.

*Măsurarea pierderii de antipiren în apă curgătoare.* Proba este expusă timp de 2 ore și altă probă timp de 4 ore la un curent de apă de conductă, viteza de curgere fiind de 300 $cm^3$/minut.

*Măsurarea pierderii de antipiren în apă marină.* Proba se afundă într-un recipient cu apă de mare, timp de 24 ore (temperatura camerei). În acest timp, apa se schimbă de 5 ori (flota 1 : 30).

În altă variantă, proba se introduce într-un vas de sticlă (250 $cm^3$) cu apă de mare (20°C), în flotă de 1 : 20. Apoi, vasul închis ermetic, este supus rotației timp de 2 ore, cu o viteză de 12 rot/minut.

*Modificarea pierderii de antipiren la spălare.* Proba, împreună cu 20 sfere de sticlă de 1,9 cm, se introduce într-un vas în care se toarnă soluția de spălare, încălzită la 70°C (flota 1 : 30). Vasul închis ermetic este supus rotirii (40 rot/minut), timp de 30 minute, după care apa se aruncă și se toarnă alta. Vasul este din nou rotit timp de 10 minute, apa se aruncă din nou și proba se clătește cu apă fiartă (încălzită la temperatura de 90°C) și se tratează timp de alte 3 minute cu o soluție apoasă de acid acetic 0,05%, la temperatura camerei.

*Determinarea rezistenței la îmbătrînire accelerată.* O probă martor (35×65 cm) și o probă similară de țesătură, tratată, sînt ținute timp de 8 ore în termostat, la temperatura de 60°C, apoi alte 16 ore într-o etuvă cu umiditate relativă 100%, la temperatura camerei și din nou în termostat la temperatura de 60°C, timp de 16 ore. Se repetă 15 cicluri a 48 ore (30 zile) și apoi se determină rezistența mecanică a probelor.

*Încercările mecanice de comportare față de agenții atmosferici, pe timp luminos.* Pe acoperișul unei case sau al unei construcții mai simple, înclinat la cca 45°, se așază o probă (35/65 cm) martor și o probă similară din țesătură tratată ignifug și se lasă pe timp luminos primăvara, vara și toamna. Periodic se fac determinări pentru constatarea modificărilor ivite în ceea ce privește rezistența mecanică, stabilitatea caracterului ignifug și aspectul exterior.

În afara acestei examinări în condiții naturale, se aplică de multe ori metoda de laborator, în cadrul căreia, se crează, artificial, condițiile de căldură-lumină și umiditate.

*Încercările de permeabilitate la aer.* Țesăturile destinate îmbrăcămintei trebuie să-și mențină permeabilitatea la aer, după tratamentul de ignifugare.

Scanned with OKEN Scanner

*Determinarea rezistenței la frig a țesăturii.* Probele se țin timp de o oră într-un frigider după care se determină fragilitatea dobîndită.

*Determinarea acțiunii corosive a țesăturilor ignifuge.* Se folosește un procedeu analog celui cunoscut în cazul încercărilor referitoare la acoperirile ignifuge.

*Încercările privind toxicitatea.* Se pornește de la cercetarea toxicității substanțelor din compoziția ignifugă și se continuă cu analiza toxicității țesăturii ignifugate, în diferite etape de păstrare-tratare.

Substanțele necunoscute se încearcă prin experimentare pe șablon, stabilindu-se dozele minime mortale de ingurcitare și inoculare subcutanată, precum și efectele în urma inspirației și contactului cu pielea.

O metodă larg acceptată constă în aplicarea unui plasture din proba de țesătură pe piele, folosind un adeziv. Se analizează, după un timp oarecare, suprafața pielii afectată de plasture.

*Rezistența la putrezire.* Rezistența la putrezire se determină în două feluri: în culturi pure și prin îngropare în sol.

*Culturi pure.* Țesătura infectată cu sporii unor anumite specii de ciuperci este ținută timp de două luni într-un termostat cu umiditate relativ mare. Se studiază la microscop dezvoltarea ciupercilor, se determină rezistența țesăturii și se compară cu rezistența inițială.

*Îngropare în sol.* Probele se îngroapă un timp în pămînt cald, bogat în humus, după care li se măsoară rezistența. Se constată că ciupercile și bacteriile terigene acționează complex și distructiv, reducînd mai mult sau mai puțin rezistența mecanică a țesăturii.

Acest procedeu are meritul de a reda condițiile mai veridic, dar prezintă și două dezavantaje:

— solurile sînt variate;

— apreturile diverse ale țesăturilor interacționează cu solul în mod specific.

În țările vest europene, se folosesc și alte procedee de încercare la flacără a produselor textile, normate sau în curs de examinare, în vederea reglementării lor oficiale.

În Elveția, în cadrul normelor *SNV* 198898, a fost propusă o metodă de determinare a timpului de ardere cu flacără și fără flacără, pentru testarea articolelor textile greu aprinzibile.

Metoda propusă se diferențiază de indicațiile normelor *DIN* 53906 și a normelor *AATCC*-34-1969 prin unele precizări, necesare în cazul analizării fibrelor sintetice termoplastice.



Scanned with OKEN Scanner

Încercările se efectuează cu ajutorul unui ignometru Ahiba-Hanau, construit de firma A. Hitz, ce se poate regla în funcție de scopul urmărit.

Aparatul constituie primul ignometru electronic, caracterizat prin faptul că permite înregistrarea automată a timpului de aprindere și calculează cu mai mare precizie viteza de propagare a flăcării.

Cînd a fost construit acest aparat, s-a ținut seama de faptul că toate aprinderile cu consecințe periculoase au avut loc în situații în care accidentatul sau produsul textil se găseaua în poziție verticală.

Probele de încercare 5×25 cm sînt mai întîi climatizate. Determinările se efectuează pe probe nespălate și necurățate nici în mediu umed, nici separat pe probe curățate-spălate. Un capăt al probei se fixează într-o ramă situată în carcasă (la temperatura camerei ferite de curenți de aer), iar celălalt capăt se aprinde de la un arzător cu flacără normalizată de gaz combustibil, astfel încît, marginea inferioară a probei să fie introdusă, în vîrful flăcării, pe o adîncime de 10 cm timp de 1—10 s.

Schema de funcționare a dispozitivului de înregistrare (fig. 23) presupune un set de 6 probe *A* (5×25 cm), fixate într-o ramă (începerea operației la nivelul *1* și terminarea ei la nivelul *6*).

Pe măsură ce proba arde sub acțiunea flăcării de impuls, efectul focului va ajunge la nivelul *2*, respectiv *3*, *4*, *5* și *6*. La fiecare din aceste nivele, distrucția va atinge cîte un fir taster *B* (pipăitor), desfășurat de pe bobinele susținute pe cîte un suport *C*, prevăzut cu un dispozitiv de întindere și de desprindere a firului. Fiecare dintre firele taster sînt conduse de rolele *D*, *E* și prinse în agrafele *F*.

Arcele *G* intermediază între agrafe și înregistratorul *J*, a cărui peniță lasă urme pe banda de hîrtie *H*. Înregistratorul are un opritor *K* și un dispozitiv propriu de întindere.

Butelia *M*, cu gaze combustibile, este prevăzută cu ventiluri *N*, ventilul reducător *O* și manometrul *P*, pentru controlul presiunii gazului.

În detaliul *R* se poate vedea diagrama *1* — trasată pentru proba pe care flacăra o străbate numai pînă la primul interval, diagrama *2* — corespunzînd altei probe cu timp de ardere dublu etc. Cu ajutorul acestui aparat pot fi determinați următorii indicatori:

— arderea cu flacără;

— comportarea la ardere (fenomen de topire, formare de picături, procese de carbonizare, ardere mocnită finală etc.);

— durata arderii *H* (automat înregistrată);

— viteza de propagare a focului, automat registrată.

Scanned with OKEN Scanner

În timp ce arderea cu flacără și comportarea la ardere sînt determinate vizual — ca și în practica ignometrelor manuale clasice — durata de ardere și dinamica procesului de ardere sînt înregistrate. Pentru determinarea comportării la ardere a textilelor, măsurarea vitezei de propagare a flăcării este de mare importanță. Prezența oxigenului este o condiție necesară a propagării flăcării,

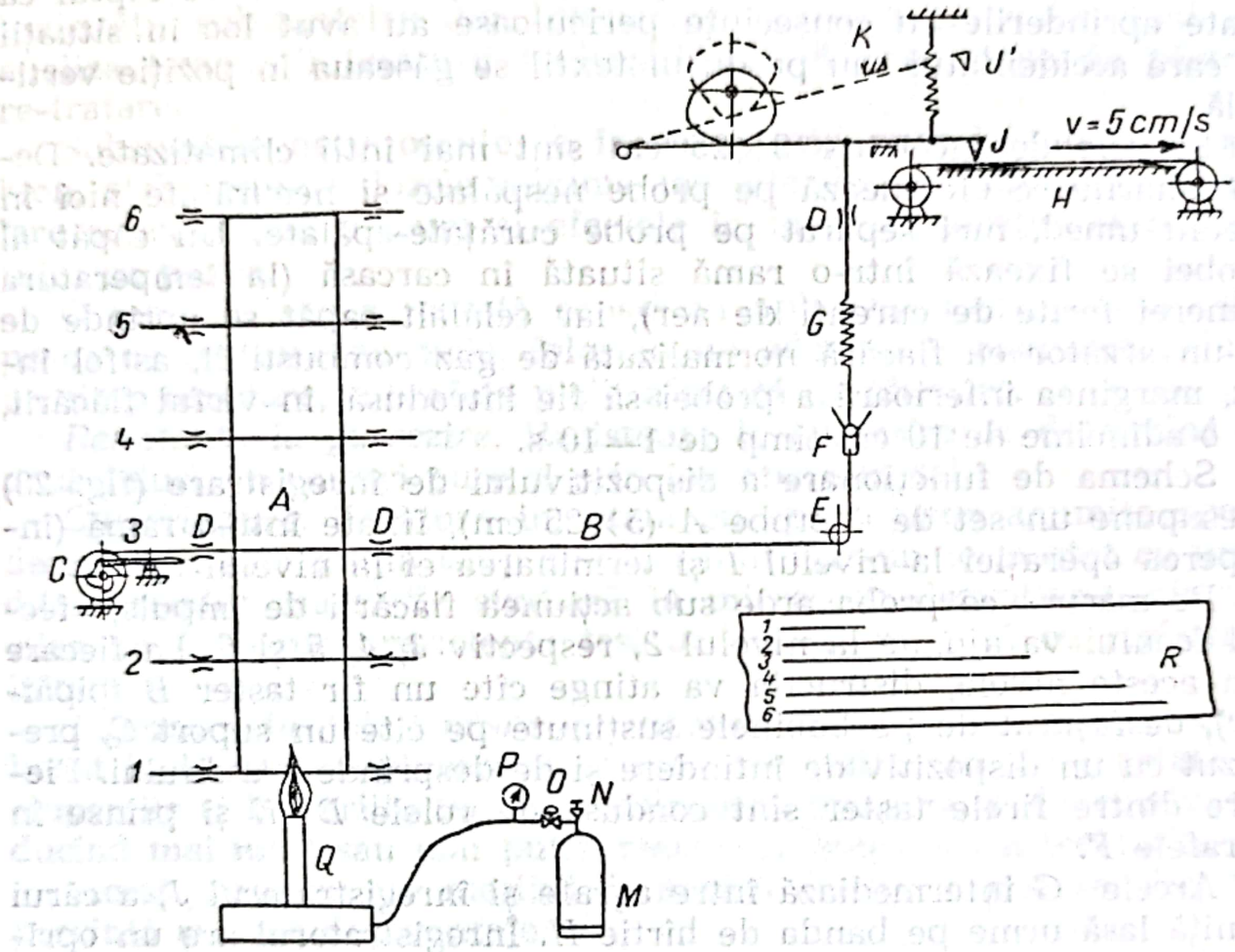



Fig. 23. Ignometru electronic Ahiba-Hanau:
*A* — epruvetă; *1, 6* — fire taster; *C* — bobină cu fir; *D, E* — conducătoare cu fir; *Q* — bec; *M* — butelie; *F, G, K, V* — elemente de transmisie a informației de către fir în penița inscriptoare; *I, R* — durate de ardere pînă la cele 6 fire (liniile drepte).

iar concentrarea de gaze inflamabile influențează definitiv comportarea globală a produsului textil, chiar dacă în cadrul măsurătorilor efectuate în atmosfera obișnuită și la presiunea atmosferică a fost caracterizat ca neaprinzibil. Așadar, măsurătorile cu acest aparat nu îndreptățesc concluzia absolută, conform căreia produsul textil cercetat ar prezenta toate garanțiile în timpul utilizării sale, într-o atmosferă bogată în oxigen. În Suedia, Institutul suedez pentru testarea materialelor textile a stabilit o metodă de verificare a co-

voarelor la foc. O probă de covor este supusă arderii într-un aparat sistem tunel, cu aerisire, sursa de aprindere fiind un lemn care arde; covoarele care ard numai pe o porțiune de 50 cm lungime, îndeplinesc condițiile de testare. În Japonia, metodologia de analiză este reglementată de norma *JIS L 1009* — 1966, care stabilește modul de determinare a capacității de ardere după 3 variante:

— Metoda *A*, de analiză orizontală, folosind alcool ca substanță de ardere;

— Metoda *B*, de analiză la 45°, asemănătoare indicațiilor *AATCC*-33—1966.

— Metoda *C*, de analiză verticală, asemănătoare indicațiilor *AATCC*-34—1966.

S-au efectuat 3 teste pentru verificarea comportării la foc, folosindu-se probe obținute diagonal din țesătură de bumbac, destinată costumelor de protecție — având 320 g/m² și o încărcare de 24% antipiren Flaminul *PN* — și pantaloni confecționați din aceeași țesătură. La baza pantalonului așezat pe manechin a acționat flacăra unui bec Mecker pe toată durata încercării. Au fost efectuate două tipuri de spălări, conform condițiilor prevăzute în tabelul 18.

*Tabelul 18*

**Condiții de spălare**

| Compoziția amestecului deteergent folosit la spălare | Concentrația, g/l | Nr. de spălări | Metoda franceză; suprafața carbonizată, cm² | Metoda engleză *BS 3119*; înălțimea carbonizată, cm | Metoda germană *DIN 53906*; înălțimea sfîșierii, cm | Proba cu pantalonul pe manechin; flacăra sub costumul de lucru |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Săpun de Marsilia | 3 | 1 | 31 | 8,1 | 6,2 | 0 |
| Carbonat de sodiu | 2 | 5 | 34 | 8,5 | 7,7 | 0 |
| | — | 10 | 34 | 9,5 | 10,1 | 0 |
| Dodecilbenzen sulfonat de sodiu | 1,1 | 1 | 28 | 7,9 | 4,8 | 0 |
| Sulfat de sodiu anhidru | 1,1 | 5 | 31 | 7,9 | 6,0 | 0 |
| Tripolifosfat de sodiu | 1,7 | 10 | 34 | 8,1 | 7,9 | 0 |

Rezultatele acestei confruntări, cu metoda aprinderii pantalonului, evidențiază faptul că cele trei metode concordă și că dau indicii suficiente în ceea ce privește menținerea caracterului ignifug al produselor spălate de multe ori.

Capitolul V

# Măsurare, verificarea şi controlul materialelor textile în procesul prelucrării

Fibrele textile nu posedă toate proprietăţile solicitate de beneficiar. Scopul unei finisări este acela de idealizare a textilelor ceea ce înseamnă conferirea prin finisare a proprietăţilor dorite, care le lipsesc.

Acest lucru poate avea loc pe două căi diferite, care pot fi deosebite după cum urmează:

1. Îmbunătăţirea efectelor superficiale, în scopul măririi posibilităţilor de vînzare (d.e. influenţarea „tuşeului“ prin avivare sau produse de apretare, prin creşterea luciului sau prin matisare).

2. Apretura cu scop definit oferă textilelor calităţi cerute, în special, pentru anumite domenii de utilizare (d.e. finisări de protecţie ca impermeabilizare, ignifugare, imputrescibilizare, neşifonabilizare).

În acest capitol s-a acordat ponderea cuvenită măsurării, verificării şi controlului materialelor textile în procesul prelucrării, în special metodele de evaluare a eficacităţii finisării produselor textile. Tehnicile de măsurare prezentate călăuzesc cu multă claritate activitatea de control a calităţii operaţiilor de prelucrare şi mai ales de finisare pe baza cunoaşterii integrităţii structurale şi a purităţii chimice a fibrelor.

Măsurarea, verificarea şi controlul materialelor textile în procesul de prelucrare se face în scopul cunoaşterii conţinutului de substanţe, provenite în urma diferitelor tratamente, la prelucrarea fibrelor, firelor şi ţesăturilor (avivare, încleiere, albire, spălare, mercerizare, matisare, controlul finisărilor de protecţie ţesăturilor ca impermeabilizare, ignifugare, imputrescibilizare, îngreunarea mătăsii, vopsire şi apretare).

Eficienţa agenţilor de finisare a materialelor textile poate fi măsurată direct prin aplicarea lor în diverse concentraţii pe o ţesătură. Concentraţia cea mai mică necesară pentru a se conferi un efect standard de avivare, mercerizare, ignifugare, impermeabilizare, finisări de protecţia ţesăturilor, poate fi luată ca măsură a eficacităţii produsului respectiv. În cazul aplicării finisajelor fungicide (de



Scanned with OKEN Scanner

tropicalizare) în vederea stabilirii efectelor bactericide și bacteriostatice ale tratamentelor speciale aplicate, dozarea substanței biologice active este suficientă și constituie cel mai bun indice de evaluare a calității acestor finisaje de conservare. Metodele biologice pentru stabilirea efectelor bactericide și bateriostatice ale tratamentelor aplicate pe materiale textile sînt susceptibile de erori și necesită o durată de încercare de pînă la 4 săptămîni.

## 1. Determinarea impurităților provenite din procesul tehnologic

Determinarea impurităților se face în scopul cunoașterii conținutului de substanțe provenite în urma diferitelor tratamente cu produse chimice ale fibrelor, firelor și țesăturilor.

Impuritățile mai des întîlnite și în cantitatea cea mai mare, provin din sărurile conținute de apa utilizată pentru spălare, din coroziunea utilajelor, din produsele chimice și auxiliare folosite în procesul de finisare.

Prezența cationilor, în cantități mari, poate cauza prejudicii, deoarece contribuie la accelerarea, prin cataliză, a desfășurării necontrolate a proceselor chimice de înobilarea materialelor textile. Rezultatul poate fi apariția de defecte în toate fazele tratamentului, în mediul umed a materialului (albire, descleiere, vopsire) ca degradare locală, parțială sau totală, pete, inegalități în vopsire. Apele dure întrebuințate în operațiile de spălare pot duce la formarea așa numitelor săpunuri de calciu, insolubile în apă, care se depun pe produse, formînd unul din cele mai neplăcute defecte în operațiile de finisare ale materialelor textile și cauza unor defecte în vopsire; locurile pe care s-au depus aceste pete de săpun se vor vopsi într-un ton mult mai deschis decît restul materialului. Însăși calitatea materialului are de suferit din cauza prezenței cationilor în cantități prea mari. Țesătura se îmbogățește în substanțe, se reduc proprietățile ei capilare și se mărește cantitatea de substanțe minerale. Mulți coloranți direcți, sau de sulf, în prezența calciului, magneziului și fierului, formează compuși cu aceste metale, care nu mai au nici o afinitate pentru fibră și care reprezintă o pierdere efectivă de colorant. În general, prezența cationilor la vopsit duce la o reducere a rezistenței vopsirii la spălare și frecare, mai ales la vopsirile în tonuri închise.

Scanned with OKEN Scanner

Eficienţa agenţilor de finisare pentru conservarea materialelor textile poate fi măsurată direct prin aplicarea lor în diverse concentraţii pe ţesătură. Concentraţia minimă necesară pentru a se conferi un efect standard de finisare de protecţie a ţesuturilor, poate fi luată ca măsură a eficacităţii produsului respectiv.

## 1.1. Identificarea și determinarea cantitativă a cationilor pe fibre

Pentru determinarea cantitativă a cationilor de pe materialul textil este necesară distrugerea substanţei organice, prin calcinare umedă sau uscată.

Metoda este preferabilă calcinării uscate, în special cînd cantitatea de cationi pe fibre este foarte mică și mai ales în prezenţa substanţelor care conţin siliciu.

Cantităţile de reactivi şi materiale textile utilizate sînt date în tabelul 19 și sînt indicate pentru baloane de 250 ml. Adăugarea acizilor se face în ordinea indicată în tabelul 19, pentru evitarea accidentelor la adăugarea acidului azotic.

După adăugarea acizilor, se introduce și mostra de ţesătură tăiată în porţiuni de 0,3 mm.

Se încălzeşte pe o flacără foarte mică, pentru a se evita eventualele pierderi de acizi și dilatarea sticlei. Se produce un fum brun, însoţit de o solubilizare completă sau parţială a mostrei.

O mărire treptată a degajării de gaze, care se termină cu o reacţie riguroasă și cu producerea de fum alb, marchează acţiunea acidului percloric și indică oxidarea completă a materialului textil. Reacţia se reglează numai cu flacără. Rectificarea reacţiei se face prin agitarea circulară a balonului, în care se face calcinarea și prin adăugarea de mici cantităţi de acid azotic concentrat.

După terminarea oxidării, se încălzeşte balonul puternic, încît condensatele să spele bine pereţii și se fierb încă cîteva minute, pentru eliminarea clorului. Pentru asigurarea reacţiei este necesar ca substanţele oxidabile să fie distruse de acidul azotic, înainte ca acidul percloric să acţioneze și să atingă temperatura de 140°C. Cînd acidul percloric a fost eliminat, reziduul încetează să fiarbă și se schimbă culoarea din galbenă-verzuie în incolor, apoi se diluează reziduul și se fierbe pentru eliminarea clorului.



Scanned with OKEN Scanner

*Tabelul 19*

**Material textil și reactivi necesari pentru calcinarea în stare umedă**

| Materiale textile | Grame | Compoziția amestecului oxidant | | | Observații |
|---|---|---|---|---|---|
| | | Acid azotic ml | Acid sulfuric ml | Acid percloric ml | |
| Bumbac | 1 | 3—5 | 1 | 3—5 | |
| | 2 | 6—5 | 1 | 6—5 | |
| | 3 | 11 | 1 | 8 | |
| | 4 | 16 | 1 | 11* | |
| | 5 | 20 | 1 | 14* | |
| Viscoză sau cupro | 1 | 4 | 1 | 3 | |
| | 2 | 10 | 1 | 4 | |
| | 3 | 15 | 1 | 6 | |
| Nailon | 1 | 4 | 1 | 4 | Bioxidul de titan se dizolvă numai dacă este prezent și acidul sulfuric |
| | 2 | 8 | 1—2 | 8 | |
| | 3 | 12 | 1—3 | 12* | |
| Acetat | 1 | 2 | 1 | 3 | Bioxidul de titan se dizolvă numai dacă este prezent și acidul sulfuric |
| | 2 | 4 | 1—2 | 6 | |
| | 3 | 6 | 1—3 | 9 | |
| Mătase | 1 | 3 | 1 | 4 | |
| | 2 | 6 | 2 | 8 | |
| | 3 | 8 | 3 | 10 | |
| Lînă | 1 | 2—5 | 1 | 4—5 | Se agită înainte de încălzire |
| | 2 | 6 | 2 | 6 | |
| | 3 | 10 | 2 | 7—5 | |
| Bumbac cu ulei | 1 | 4 | 1 | 4 | Acidul azotic se diluează cu jumătate din volum, cu apă. Mostra se umidifică înainte de încălzire |
| | 2 | 6 | 2 | 6 | |
| | 3 | 9 | 2 | 9 | |
| Bumbac cu policlorură de vinil | 1 | 2 | 1 | 4 | |
| | 2 | 4 | 2 | 8 | |
| | 3 | 6 | 3 | 12 | |
| Bumbac cauciucat | 1 | 2—5 | 1 | 3—5 | |
| | 2 | 5—5 | 1 | 6—5 | |
| | 3 | 10 | 1 | 9 | |
| Bumbac cu ceară | 1 | 4 | 1 | 4 | |
| | 2 | 8 | 1 | 7 | |
| | 3 | 12 | 1 | 9 | |

*Se utilizează flacon de 500 ml. Pentru celelalte se utilizează flacon de 250 ml.

Scanned with OKEN Scanner

Soluţia astfel obţinută se neutralizează cu amoniac în prezenţa metiloranjului şi este utilizată pentru diferite determinări.

*Reactivi:* acid azotic concentrat ($\rho$=1,42), acid sulfuric concentrat ($\rho$=1,84) şi acid percloric 60% ($\rho$=1,54).

*Distrugerea substanţei organice prin calcinare uscată*

Se presează în pastile de 0,5—1 g materialul textil (cantitatea de material utilizată pentru calcinare este în funcţie de eventualul conţinut în cenuşe) şi se usucă în fiole de cîntărire deschise, la temperatura de (100±5)°C. Apoi se răceşte fiola închisă în exicator timp de 30 minute şi se cîntăreşte. Se continuă uscarea pînă la masă constantă. Se trec pastilele într-un creuzet de platină, se umidifică cu soluţie de azotat de magneziu (1 ml pentru 1 g material); se poate utiliza şi alcool etilic pentru uşurarea impregnării materialelor cu hidrofilie redusă, se calcinează la temperatura de 750° (roşu strălucitor) şi se cîntăreşte. Se continuă calcinarea pînă cînd ajunge la masă constantă. Soluţia obţinută prin calcinarea umedă şi cenuşa obţinută prin calcinarea uscată pot fi utilizate la determinarea cromului, fierului, calciului, magneziului, siliciului, aluminiului.

*Reactivi:* alcool etilic p.a. şi azotat de magneziu 5%.

### 1.1.1. Determinarea cromului

**Identificare.** Cromaţii, în soluţie acidă, în prezenţa difenilcarbazidei dau o coloraţie violetă-închis. În prezenţa acidului cromotropic (1,8 — dioxinaftalen — 3,6 sulfonic) se obţine o coloraţie roşie.

Soluţia de stricnină 1%, în acid sulfuric concentrat, împreună cu sărurile de crom dau o coloraţie roşie-deschis. Prin topirea cenuşii materialului textil, cu de 5 ori cantitatea de carbonat de sodiu şi azotat de sodiu (1 : 1), în prezenţa cromului se obţine o topitură galbenă.

*Determinarea cantitativă prin metoda spectrofotometrică*

Se distruge substanţa organică prin calcinare umedă; soluţia obţinută neutralizată, se acidulează cu acid sulfuric molar. Se aduce la fierbere şi se tratează cu soluţie de sulfat ceric de amoniu, pînă se ajunge la un exces (cca 1 ml). Se fierbe 10 minute şi apoi se răceşte. În cazul formării bioxidului de mangan, acesta se îndepărtează prin filtrare şi se tratează soluţia cu azidă de sodiu, pînă cînd se obţine o soluţie incoloră (de obicei 4—5 picături sînt suficiente). Dacă apare coloraţia violacee a permanganatului de potasiu, sau cu-



Scanned with OKEN Scanner

loarea brună a bioxidului de mangan, soluția se încălzește puțin pînă dispare coloraţia.

Se tratează soluţia cu 2 ml difenilcarbazidă. Soluţia capătă o coloraţie violetă, a cărei intensitate este proporţională cu conţinutul de acid cromic.

Se aduce la balon cotat de 50 ml. În acelaşi mod se prepară o probă martor; se agită riguros pentru a se îndepărta gazele dizolvate şi se măsoară densitatea optică utilizînd filtrul galben-verzui de 540 nm. Culoarea este aproape stabilă şi se pierde 2% într-o oră. Limita inferioară de determinare este 0,015 mg crom în 50 ml. Conţinutul de crom în soluţia de încercat se determină prin colorimetrarea ei faţă de soluţia etalon.

### 1.1.2. Determinarea cromului solubil pe ţesături

Forma solubilă în apă, care este de obicei hexavalentă, este extrasă cu o soluţie tampon, al cărei *p*H este 9,2. Cromul hexavalent din extract este determinat colorimetric şi dacă cromul are altă valenţă se determină similar, completînd oxidarea la hexavalent.

Metoda de analiză cuprinde următoarele etape: pregătirea extractului, determinarea propriu-zisă a cromului cu valenţe inferioare din extract, împreună cu cromul hexavalent, deci determinarea cromului total solubil şi determinarea cromului hexavalent din extract.

Pentru pregătirea extractului, se taie sau se destramă materialul în bucăţi mici. Se omogenizează bine şi se introduc 2,5 g într-un vas Erlermeyer de 100 ml cu 50 ml borat de sodiu. Se cîntăreşte balonul cu conţinutul şi se încălzeşte slab, pentru a menţine conţinutul la 40°C timp de 30 minute. Din cînd în cînd se agită balonul, apoi se răceşte şi se recîntăreşte.

Orice pierdere de soluţie se înlocuieşte cu apă. Se filtrează extractul prin hîrtie de filtru.

Pentru determinarea cromului solubil total se diluează cu apă distilată o porţiune alicotă din filtrat într-un vas Erlermeyer şi se tratează cu 5 ml acid sulfuric molar. Se încălzeşte soluţia la fierbere şi se adaugă sulfatul ceric de amoniu în porţiuni de cîte 1 ml, pînă se ajunge la un exces.

Se adaugă un exces de 1 ml şi se fierbe soluţia timp de 10 minute. După ce a fost răcită, se trece într-un balon cotat de 50 ml şi se tratează cu azidă de sodiu pînă la decolorare. Se adaugă 2 ml difenilcarbazidă şi se aduce la balon cotat (acidul hidrazoic fiind foarte volatil şi iritînd mucoasele, trebuie evitată inhalarea); se



Scanned with OKEN Scanner

pregătește în aceleași condiții o probă martor. Se măsoară densitatea optică utilizînd filtrul galben-verzui de 540 nm.

Coloraţia este aproape stabilă şi slăbeşte către stingere, cu aproximativ 1—2% într-o oră.

### 1.1.3. Determinarea cromului solubil hexavalent

Se diluează cu apă distilată o porţiune alicotă din filtrat, într-un balon cotat de 50 ml. Se adaugă 5 ml acid sulfuric molar şi 2 ml difenilcarbazidă. Se aduce la balon cotat de 50 ml. Se prepară o probă martor cu un volum aproximativ egal de soluţie de borat de sodiu, care este tratată similar. Se colorimetrează.

*Reactivi:* sulfat ceric de amoniu 0,05 *n* în acid sulfuric 0,5 molar; se obţine din 64 g sulfat ceric de amoniu pastificat cu 25 ml acid sulfuric; se încălzeşte pînă apare fum alb şi apoi se diluează la 1 000 ml.

— soluţie standard de bicromat de potasiu 0,001 *n,* care se obţine prin dizolvarea a 0,05 g bicromat de potasiu recristalizat în apă, într-un balon cotat de 1 000 ml şi diluat cu apă distilată pînă la semn; 1 ml conţine 0,017 mg crom;

— borat de sodiu 0,05 molar, soluţie în apă, *p*H=9,2 tampon Sőrensen: 12,404 g acid boric+100 ml hidroxid de sodiu *n*, se aduce la balon cotat de 1 000 ml;

— soluţie din 9,63 ml borat+0,37 ml acid clorhidric 0,1 *n*, la 18°C cu *p*H=9,2;

— azidă de sodiu 5% soluţie în apă;

— difenilcarbazidă 0,25% soluţie proaspăt preparată în volume egale de apă şi acetonă.

### 1.1.4. Determinarea cuprului

Pentru distrugerea materialului organic este preferată calcinarea umedă, mai ales cînd sînt cantităţi foarte mici de cupru. Totodată este necesar să se pregătească şi proba martor, obţinîndu-se acelaşi volum de soluţii. Trebuie avut grije să se elimine complet clorul.

În general, metoda calcinării uscate este cea mai des utilizată. Cenuşa obţinută se dizolvă pe baie de apă cu 5 ml acid sulfuric molar şi se pregăteşte, în acelaşi timp, probă martor cu aceiaşi reactivi utilizaţi.

**Identificare.** Cu acidul rubeanic sărurile de cupru dau un precipitat negru. Salicil-aldoxima dă un precipitat galben-verzui deschis.



Scanned with OKEN Scanner

Acidul chinaldinic dă un precipitat albastru-verzui. Dacă în prezența sării de cupru se adaugă piridină și sulfocianură de amoniu, se obține un precipitat verde mazăre. Un precipitat galben se obține cu sărurile de cupru utilizînd dietilditiocarbamatul de sodiu. Acest precipitat este solubil în alcool amilic, culoarea soluției fiind galbenă-aurie.

*Determinarea cantitativă prin metoda Spectrofotometrică*

Într-o pîlnie de separare, de 100 ml, se introduc 10 ml soluție de citrat de amoniu și cîteva picături de fenolftaleină. Se adaugă cenușă dizolvată sau o parte care să nu conțină mai mult de 150 mg cupru. În cazul unui conținut mai mare de cupru, se diluează pînă al 30 ml cu apă distilată. Treptat, se adaugă amoniac pînă cînd se obține o coloratie roz stabil. Se răcește soluția și se adaugă 2 ml dietilditiocarbamat de sodiu. Se extrage precipitatul brun, prin agitare cu 20 ml tetraclorură de carbon. Dacă se constată prezența ionilor plumb-zinc, se adaugă mai mult dietilditiocarbamat de sodiu sau de amoniu, pînă cînd culoarea închisă a stratului de tetraclorură de carbon nu se mai intensifică.

Se adaugă cantități mici de reactivi în cele două extracte, pentru a se asigura că tot cuprul a reacționat. Este recomandabil ca extracția să nu se efectueze la lumină. Se trece stratul de solvent într-un balon cotat de 50 ml și se reextrage extractul apos de 2 ori cu tetraclorură de carbon (cîte 10 ml). Ultima extracție trebuie să fie incoloră. Se culeg toate extractele de tetraclorură de carbon în balonul cotat de 50 ml, după ce au fost uscate prin trecere peste sulfat de sodiu anhidru.

Soluția este stabilă cel mult 24 de ore la întuneric. În același mod se efectuează și proba martor.

Se trec apoi soluțiile în cuve și se determină densitatea optică utilizînd filtrul violet cu $\lambda$=601 nm.

*Reactivi:* dietilditiocarbamat de sodiu 0,2%; citrat de amoniu 20% și tetraclorură de carbon.

### 1.1.5. **Determinarea titanului**

Distrugerea materiei organice poate fi făcută atît în stare umedă cît și uscată. Calcinarea în stare umedă este mai rapidă decît cea în stare uscată și se efectuează conform metodologiei descrise anterior.

Pentru dizolvarea bioxidului de titan, se adaugă în amestecul acid, 2 ml acid sulfuric și 1 g sulfat de sodiu anhidru (într-un vas

Scanned with OKEN Scanner

Erlermayer Jena de 250 ml se vor introduce maximum 2 g material textil). După dezagregare completă, se răcește vasul, se spală pereții cu apă distilată, apoi se încălzește reziduul, la început încet, și din ce în ce mai puternic, pînă se formează o soluție limpede; se răcește, se diluează cu 20 ml acid sulfuric și se fierbe pînă la îndepărtarea clorului. Dacă în acest amestec este prezent cromatul, el va fi redus adăugînd un mic exces de sulfit de sodiu, iar excesul de bioxid de sulf va fi îndepărtat prin fierbere.

Calcinarea în stare uscată constă în calcinarea a 5 g de material textil la temperatura de 750°C pînă la masă constantă în creuzetul de platină. Cenușa obținută se dezagregă cu cca 2 g sulfat acid de potasiu sau pirosulfat, avînd grijă să nu se transforme sarea în sulfat, prin supraîncălzire. Topitura, limpede galbenă, se lasă să se răcească și se dizolvă în 20 ml acid sulfuric. Orice reziduu trebuie îndepărtat prin filtrare, calcinat și dezagregat din nou. Se pregătește în aceleași condiții o probă martor.

**Identificare.** O porțiune alicotă din soluția obținută prin dezagregare pe cale umedă sau uscată se tratează cu acid fosforic, picătură cu picătură, pînă la decolorare și apoi cu cîteva picături de apă oxigenată.

În prezența titanului, soluția se colorează în galben. Cu benzocatechină ionii de titan dau un precipitat roșu-gălbui, iar cu oxichinoleină, se obține un precipitat roșu-portocaliu.

*Determinarea cantitativă (spectrofotometrică)*

Soluția obținută prin calcinarea umedă sau uscată, se introduce într-un balon cotat de 100 ml din sticlă incoloră. Se adaugă acid fosforic, picătură cu picătură, pînă cînd soluția se decolorează și apoi 2—3 ml apă oxigenată; soluția se colorează în galben. În alt balon cotat se introduc aceleași cantități de reactivi, care au fost utilizate pentru proba de analizat. Culoarea este stabilă, iar densitatea optică se determină utilizînd filtru violet cu $\lambda = 601$ nm.

*Reactivi:* soluția etalon de bioxid de titan, pentru care se cîntărește într-un creuzet de platină 0,1 g bioxid de titan uscat pînă la masă constantă, se dezagregă cu cca 2 g sulfat acid de potasiu sau pirosulfat de potasiu se dizolvă apoi cu apă și acid sulfuric 20% la rece, se introduce într-un balon cotat de 1 000 ml și se aduce la semn cu apă (1 ml soluție etalon conține 0,0001 g bioxid de titan); acid fosforic 84% (densitate 1,70); acid sulfuric concentrat; apă oxigenată 3%.



Scanned with OKEN Scanner

### 1.1.6. Determinarea manganului

**Identificare.** Cenușa obținută prin calcinare uscată se dizolvă în acid azotic sau sulfuric și se tratează cu cîteva picături de azotat de argint și un gram persulfat de amoniu. Se încălzește; în prezența manganului apare o colorație violetă. Prin topirea cenușii cu carbonat de sodiu și azotat de sodiu se obține un reziduu verde. După răcire, se dizolvă în acid acetic și se formează de o parte hidroxidul de mangan de culoare brună și de altă parte permanganat de potasiu de culoare violetă.

*Determinarea cantitativă (spectrofotometrică)*

Cenușa obținută prin calcinarea uscată a 10 g material textil se tratează cu 10 ml acid azotic, se evaporă pe baie de apă sau nisip, iar reziduul obținut se dizolvă în 20—30 ml apă distilată. Soluția cu reacție slab acidă se fierbe și se adaugă cîteva picături de soluție de azotat de argint. Precipitatul format se filtrează după o scurtă fierbere. La filtrat se adaugă cîteva picături de acid fosforic și 1 g persulfat de amoniu. Filtratul se încălzește pe sită și se observă apariția coloratiei violete a soluției. Manganul conținut în cenușă se oxidează la fierbere cu persulfat de amoniu timp de 1—2 minute. Coloratia violetă formată este durabilă. Densitatea optică a soluției obținute se determină utilizînd filtrul verde cu $\lambda$=520 nm. Se determină densitatea optică pentru proba de analizat, din care se scade densitatea optică a probei martor. Se determină concentrația pe curba etalon.

Procedeul descris prezintă dificultăți, în cazul cînd fibrele conțin o cantitate mai mare de fier și mai ales atunci cînd este prezent și cromul. În acest caz, la oxidarea cu persulfat nu se formează coloratie violetă, dar sub influența formării de cromați apare o coloratie care nu mai poate fi comparată la colorimetrare cu cea a permanganatului. Influența ionilor de fier și crom formați trebuie îndepărtată. Prin adăugare de cîteva picături de acid fosforic, se anihilează influența dăunătoare a fierului. Dacă este prezent cromul, soluția azotică a cenușei se alcalinizează puternic cu amoniac și (după cantitatea prezentă de crom) se adaugă 3—5 ml perhidrol. După o jumătate de oră de încălzire pe baie de apă, fierul și manganul trec în hidroxid feric și hidroxid de mangan, care sînt insolubili, pe cînd cromul rămîne în soluție. Dacă sînt cantități mici de fier și crom, separarea lor spectrofotometrică nu este necesară.

*Reactivi:* soluție etalon de mangan; 0,145 g permanganat de potasiu se dizolvă în 100 ml apă bidistilată (1 ml din această soluție conține 0,05 mg mangan).



Scanned with OKEN Scanner

### 1.1.7. Determinarea fierului

**Identificare.** Cenușa obținută prin calcinarea uscată a materialului textil se dizolvă în acid clorhidric și se identifică fierul prin oxidarea soluției clorhidrice cu apă oxigenată la cald, adăugîndu-se apoi sulfocianură de amoniu (se obține o coloratie roșie de sulfocianură ferică). În prezența acidului 5 — sulfosalicilic se obține o coloratie violetă. Taninul dă cu sărurile ferice o coloratie albastră care, la adăugarea de amoniac, virează în roșu. Sărurile feroase dau următoarele coloratii: cu acidul clorhidric, coloratie roșu intens, cu izonitrozo-acetofenona, coloratie albastră; cu dimetilglioxima în mediu alcalin de amoniac se obține un precipitat roșu, asemănător nichelului (adăugînd cianură de potasiu culoarea roșie dispare).

*Determinarea cantitativă (metoda spectrofotometrică)*

Se calcinează (la temperatura de 750°C) 5 g material fibros pînă la masă constantă. Cenușa obținută se dizolvă cu 5 ml acid clorhidric concentrat. Se trece soluția obținută cu apă distilată într-un balon cotat de 50 ml, în care se adaugă 1 ml apă oxigenată și 2 ml sulfocianură de amoniu. Se astupă balonul cotat cu dop și se agită. Se lasă 30 minute pentru dezvoltarea completă a culorii. În același timp se pregătește o probă martor, utilizînd aceleași cantități de reactivi. Densitatea optică a coloratiei obținute se determină utilizînd filtrul verde cu $\lambda$=530 nm.

Se citește extincția atît pentru proba de analizat cît și la proba martor și etalon, a cărei concentrație este determinată.

*Reactivi:* acid clorhidric concentrat; apă oxigenată proaspăt preparată 3%; sulfocianură de amoniu 40% și soluție etalon pentru fier (0,8635 g alaun feriamoniacal proaspăt cristalizat se dizolvă în apă și se trece cantitativ într-un balon cotat de 1 000 ml, se adaugă 1 ml acid clorhidric și se aduce la semn cu apă distilată; soluția se păstrează maximum 10 zile; 10 ml din această soluție se diluează la 100 ml; 1 ml conține 0,01 mg fier; soluția diluată se folosește proaspăt preparată).

### 1.1.8. Determinarea calciului

Pentru identificarea și determinarea cantitativă a calciului se calcinează materialul textil la temperatura de 800°C pînă la masă constantă și se dizolvă reziduul obținut în acid clorhidric concentrat.



Scanned with OKEN Scanner

**Identificare.** O reacție foarte sensibilă este aceea a oxalatului de amoniu care formează, în soluțiile neutre sau acetice ale sărurilor de calciu, un precipitat alb cristalin, ușor solubil în acizi minerali, dar insolubili în acid acetic. Acidul picrolonic formează cu soluțiile sărurilor de calciu un precipitat cristalin datorită sării complexe interne (pricolonatul de calciu) de culoare roșie. Calciul poate fi ușor identificat pe cale uscată. O cantitate mică din cenușe, care conține săruri de calciu, se umezește cu acid clorhidric concentrat și se introduce pe bucla unui fir de platină în flacăra incoloră; apare o coloratie roșie cărămizie.

*Determinarea cantitativă (metoda complexometrică)*

La soluția care conține săruri de calciu în concentrație maximă de 0,5 g/l $Ca^{2+}$, se adaugă hidroxid de sodiu normal și apă distilată, astfel încît volumul total să fie 100 ml (*p*H-ul soluției trebuie să fie minimum 12). Se adaugă indicator murexid, pînă la culoare roșie-cărămizie intensă. Se titrează cu soluția de complexon pînă la virarea indicatorului de la roșu-cărămiziu la roșu-violet. Conținutul de calciu se calculează cu formula:

$$Ca = \frac{V \cdot F \cdot 0{,}004008}{G} \cdot 100\ [\%],$$

în care:

$V$ este volumul soluției de complexon, în ml;

$F$ — factor de corecție al soluției de complexon;

$G$ — masa probei luate pentru analiză, în g.

*Reactivi:* soluție de complexon *III* 0,1 *n* (se dizolvă 37,21 g substanță în puțină apă distilată, se aduce la balon cotat de 1 000 ml și se completează la semn, se stabilește factorul de corecție cu soluția de sulfat de magneziu sau carbonat de calciu); murexid (0,1 g indicator se amestecă intim într-un mojar cu 10 g clorură de sodiu p. a. și se mojarează fin); hidroxid de sodiu normal.

### 1.1.9. Determinarea magneziului

**Identificare.** Orto-oxichinolina precipită din soluțiile amoniacale ale sărurilor de magneziu (*p*H=9,5—12,5), sarea complexă oxichinolatul de magneziu, un precipitat cristalin de culoare galbenă-verzuie. Soluția alcoolică a chinalizarinei se colorează în albastru-violet, prin adăugarea de alcalii; în prezența magneziului, culoarea trece în albastru-auriu. La soluția de analizat se adaugă cîteva picături din soluția alcoolică de chinalizarină și apoi o jumătate din volum dintr-o soluție 2 n de hidroxid de sodiu. În pre-



Scanned with OKEN Scanner

zența unor cantități mari de magneziu, se formează un precipitat albastru. La un conținut mic de magneziu, soluția se colorează în albastru-deschis.

Soluția alcoolică de 5% de difenilcarbazidă, în prezența unui exces de alcalii, colorează soluțiile diluate ale sărurilor de magneziu în roșu-violet.

*Determinarea cantitativă (metoda complexometrică)*

Se dizolvă cenușa obținută în apă distilată, astfel încît să aibă un conținut de cel mult 0,2 g/l magneziu. Se ia o porțiune alicotă. Se adaugă 10 ml soluție tampon pentru ca *p*H-ul să se mențină la valoarea 10, iar volumul obținut să fie de 100 ml. Se încălzește proba la 50—55°C (cu scopul ca virarea indicatorului să se facă spontan). Se adaugă indicator Eriocrom *T* astfel încît culoarea să nu fie intensă. Se titrează cu soluție de complexon, pînă cînd soluția roșu-violetă virează în albastru-net. Conținutul de magneziu se calculează cu formula:

$$Mg = \frac{(V_1 - V) \cdot F \cdot 0{,}002432}{G} \cdot 100[\%],$$

în care:

$V_1$ este volumul de complexon utilizat la titrarea cu Eriocrom *T*, în ml;

$V$ — volumul de complexon utilizat la titrarea cu murexid, în ml;

$F$ — factor de corecție complexon;

$G$ — masa materialului fibros luat pentru analiză, în mg.

*Reactivi:* soluție complexon III 0,1 *n;* Eriocrom *T* (2 g indicator, se dizolvă în 500 g alcool etilic); soluție tampon (350 ml amoniac 25% și 54 g clorură de amoniu dizolvate în apă distilată și aduse la balon cotat de 1 000 ml).

### 1.1.10. Determinarea aluminiului

Se calcinează 5—10 g material fibros la temperatura de 750°C într-un cuptor de calcinare, pînă la masă constantă. Cenușa obținută se dizolvă în acid clorhidric concentrat.

**Identificare.** Sarea de amoniu a acidului aurintricarbonic formează cu aluminiul, la *p*H aproximativ 5, un precipitat roșu închis. La soluția clorhidrică a cenușii se adaugă acetat de amoniu pînă ajunge la *p*H aproximativ 5, apoi 5 ml dintr-o soluție de 0,1% de aluminonă și se lasă în repaus cîteva minute. Se adaugă apoi un exces de hidroxid de amoniu. În prezența aluminiului se separă



Scanned with OKEN Scanner

un precipitat roşu închis. Soluţia alcoolică de morină produce în soluţiile sărurilor de aluminiu o fluorescenţă galbenă.

Hematoxilina formează cu ionul de $Al^{3+}$, la un *p*H=7—8,5 un lac de culoare violetă-purpurie. La acidulare (*p*H=4,5), lacul se stabilizează, iar culoarea roşie a excesului de reactiv trece în galbenă.

*Determinarea cantitativă (metoda spectrofotometrică)*

Dozarea aluminiului de pe materialele textile trebuie să se facă numai cu reactivi sensibili ca d.e. stilbazo. Aluminiul reacţionează cu stilbazo la *p*H=5,2—5,8. Determinarea aluminiului nu este însă împiedicată de fier (sub 0,1 mg în 5 ml soluţie) după reducerea acestuia cu acid ascorbic şi nici de ionii metalelor alcaline şi alcalino-pămîntoase. Absorbţie maximă a compusului colorat $\lambda$ max=500 nm.

**Tehnica de lucru.** Soluţia obţinută prin calcinarea materialului fibros la temperatura de 800°C, dezagregat cu acid clorhidric din care s-au îndepărtat eventualele urme de bioxid de siliciu se introduce într-un balon cotat de 50 ml. Se adaugă 1,5 ml soluţie de acid ascorbic, 5 ml soluţie de stilbazo şi soluţie tampon acetică pînă la semn. După 10 minute soluţia se toarnă într-o cuvă cu grosimea de 30 mm şi se fotometrează utilizînd filtru cu $\lambda$=500 nm. Soluţia de comparaţie se prepară din aceiaşi reactivi ca şi soluţia de analizat cu excepţia adaosului de soluţie care conţine ioni de aluminiu. Din soluţia etalon de aluminiu se prepară o serie de soluţii etalon în vederea trasării curbei de etalonare. Pentru aceasta în baloane cotate de 50 ml se introduc 0,1—0,2 pînă la 1 ml soluţie etalon, se adaugă apoi aceiaşi reactivi şi în aceiaşi succesiune ca şi în proba de analizat şi se efectuează fotometrarea. În baza rezultatelor obţinute se trasează curba de etalonare. Conţinutul de aluminiu din soluţia de analizat se determină pe curba etalon şi se calculează raportînd la cantitatea de material fibros analizat absolut uscat.

*Aparatură:* spectrofotometru.

*Reactivi:* stilbazo-soluţie 0,01% (0,05 g stilbazo se dizolvă în 500 ml soluţie tampon acetică avînd *p*H=5,4); soluţie tampon acetică cu *p*H=5,4; (29 ml acid acetic soluţie 0,2 *n*, 1,2 ml acid acetic glacial se dizolvă în 100 ml apă) se amestecă cu 171 ml soluţie de acetat de sodiu 0,2 *n* (1,64 g acetat de sodiu în 100 ml apă). *p*H-ul soluţiei se controlează potenţiometric; acid ascorbic — soluţie apoasă 10%; soluţie etalon de aluminiu, se prepară din aluminiu metalic sau din sulfat dublu de aluminiu şi potasiu — $KAl(SO_4)_2 \cdot 12\,H_2O$. Pentru aceasta 0,1 g aluminiu metalic se dizolvă în



Scanned with OKEN Scanner

1,65 ml acid clorhidric 25% și se completează volumul la 100 ml cu apă distilată, sau 1,7582 g sulfat dublu de aluminiu și potasiu recristalizat se dizolvă în 100 ml apă distilată (1 ml din această soluție conține 0,0001 g aluminiu). Din această soluție se ia 1 ml și se introduce într-un balon cotat de 100 ml, se aduce la semn cu apă distilată (1 ml din această soluție conține 10 μ g aluminiu).

### 1.1.11. Determinarea plumbului

Pentru identificarea și determinarea cantitativă a plumbului de pe fibre se calcinează materialul fibros la temperatura de 850°C pînă la masă constantă, iar reziduul obținut se dizolvă în acid azotic diluat (1 : 1).

**Identificare.** Reactivul cel mai sensibil pentru ionul plumb, este ditizona, care formează în soluții neutre, amoniacale, slab alcaline și de cianuri ale sărurilor complexe, o sare complexă internă de culoare roșie-cărămizie. La soluția de ditizonă în tetraclorură de carbon se adaugă cîteva picături din soluția de analizat; în prezența sărurilor de plumb, culoarea verde a reactivului trece în roșu-cărămiziu. Acidul antranilic, adăugat la soluția neutră a sării de plumb, la rece în exces, separă un precipitat amorf care cristalizează repede ca antranilat de plumb. Tioureea precipită din soluțiile azotice ale sărurilor de plumb un precipitat foarte greu solubil. La soluția azotică a unei sări de plumb (o soluție 2 *n* de acid azotic) se adaugă un volum egal dintr-o soluție saturată de tiouree în acid azotic. După răcire cu gheață, se separă cristale albe aciculare ale plumbului cu tioureea.

*Determinarea cantitativă (metoda spectrofotometrică)*

Metoda constă în dozarea spectrofotometrică a ditizonatului de plumb de culoare roșie-cărămizie, care rezultă în urma reacției dintre ditizonă și o sare de plumb, într-o soluție slab alcalină, în prezența citratului de sodiu.

Determinarea se face la un *p*H=8—10.

**Tehnica de lucru.** Într-o pîlnie de separare (din sticlă Jena) de 100 ml, se introduce o porțiune alicotă din cenușa dizolvată și adusă la balon cotat cu apă distilată, peste care se adaugă soluție de citrat de sodiu, pînă cînd se obține un *p*H cuprins între 8—10. Se tratează succesiv cu porțiuni de 1—2 ml ditizonă, agitîndu-se de fiecare dată timp de 30 s, pînă cînd culoarea ditizonei virează spre violet. Se culeg soluțiile cloroformice, care conțin ditizonatul de plumb, într-o pîlnie de separare în care s-au turnat în prealabil

20 ml soluție de spălare. Se agită timp de 30 s. După separarea stratului se filtrează printr-un filtru cantitativ direct în cuva pentru spectrofotometrare, un volum care să fie sub 15 ml soluție cloroformică, conținînd ditizonatul de plumb. Se citește densitatea optică utilizînd filtrul verde cu $\lambda$=510 nm. Datele obținute se citesc pe o curbă determinată cu soluție etalon de plumb, care conțin 0,001—0,003—0,005—0,007—0,009 mg tratate în aceleași condiții ca proba de analizat.

Se notează pe ordonată numărul de mg de plumb luate în lucru, iar pe abscisă densitatea optică indicată de aparat. Prin unirea punctelor obținute trebuie să rezulte o linie dreaptă.

*Reactivi:* cloroform redistilat la 61°C (în lipsa acestuia, tetraclorură de carbon redistilată); soluție etalon pentru plumb (1,598 g azotat de plumb, în prealabil uscat în etuvă la temperatura de 105—110°C și apoi ținut 2 ore în exicator, se dizolvă în acid azotic 1%, se trece într-un balon cotat de 1 000 ml și se aduce la semn; 1 ml din această soluție se diluează cu apă la 1 000 ml și astfel conține 0,001 mg plumb); soluție de spălare (se dizolvă 1 g cianură de potasiu în puțină apă bidistilată și se trece într-un balon cotat de 1 000 ml, se adaugă 1 ml amoniac concentrat și se aduce la semn cu apă bidistilată); ditizonă soluție (0,02 g ditizonă — difeniltiocarbazidă — se dizolvă în 25 ml cloroform sau tetraclorură de carbon și se lasă în repaos 24 ore la întuneric, se agită și se filtrează printr-un filtru cantitativ, într-o pîlnie de separare de 250 ml, se adaugă soluție de amoniac 1 : 200 și se agită 30 s).

Ditizona trece în stratul amoniacal; extracțiile cu soluție de amoniac se repetă pînă cînd soluția devine maron; se unesc și se acidulează cu acid clorhidric 10%, apoi se tratează cu porțiuni de 20—30 ml cloroform și se agită timp de 30 s. Se repetă operația pînă cînd ditizona trece în stratul cloroformic, se culeg toate extractele cloroformice într-o pîlnie de separare de 250 ml și se spală de 2—3 ori cu apă bidistilată, se filtrează într-un balon cotat de 1 000 ml și se aduce la semn cu cloroform; soluția poate fi păstrată 30 zile într-un flacon de sticlă închis ermetic, la întuneric și la temperatura de maximum 4°C; citrat de sodiu soluție tampon (într-un balon cotat de 250 ml se dizolvă 100 g acid citric în 50 ml apă bidistilată, se alcalinizează soluția cu amoniac în prezența roșului fenol, pînă la viraj de la galben la roz-pal, se răcește și se adaugă 2,5 g sulfit de sodiu și 5 g cianură de potasiu, se completează la semn cu apă bidistilată, se trece într-o pîlnie de separare de 500 ml, unde se extrag de cîteva ori cu cîte 2 ml ditizonă, eventualele urme de plumb; operația se repetă pînă ce soluția clorofor-



Scanned with OKEN Scanner

mică devine violacee; după îndepărtarea ditizonei, se mai spală soluția cu porțiuni mici de cloroform pînă la îndepărtarea totală a ei; soluția tampon astfel purificată, se filtrează printr-un filtru cantitativ, într-o sticlă brună și se diluează cu 500 ml amoniac 25%).

### 1.1.12. Determinarea zincului

**Identificare.** În soluția care conține săruri de zinc (prin adaos de iodură de potasiu și piridină) se formează un precipitat alb cristalin de iodură de piridină și zinc.

Pentru identificarea unor cantități mici de zinc se întrebuințează reacția de obținere a ditizonatului de zinc. La soluția de ditizonă în tetraclorură de carbon se adaugă cîteva picături din soluția neutră cu săruri de zinc și se amestecă bine; coloratia verde a reactivului trece în roșu-purpuriu. Anionul complex $[Zn(CNS)_4]^{2-}$ formează, sub acțiunea metilvioletului, o suspensie a unei combinații greu solubile, colorată în violet.

Pentru aceasta, la 2 ml din soluția diluată cu săruri de zinc se adaugă cîte o picătură de acid clorhidric concentrat și soluție apoasă de 0,06% metilviolet. Apoi se adaugă la soluția obținută 2 picături dintr-o soluție 20% de sulfocianură de potasiu. Apare o colorație violetă.

*Determinarea cantitativă (metoda spectrofotometrică)*

Metoda constă în dozarea colorimetrică a ditizonatului de zinc roșu, care rezultă în urma reacției dintre ditizonă și o sare de zinc, la pH 4—5,5 în prezența tiosulfatului de sodiu.

Proba care conține zinc, obținută prin calcinarea uscată a materialului fibros și prin dizolvarea în acid clorhidric diluat, se aduce la *p*H 2—3. Se introduce soluția obținută într-o pîlnie de separare în care se adaugă soluție tampon de acetat de sodiu, și 1 ml de soluție de tiosulfat de sodiu. Se agită și se controlează *p*H-ul amestecului, care trebuie să fie între 4—5,5. Apoi se adaugă 10 ml soluție diluată de ditizonă, după care pîlnia se astupă și se agită bine timp de 4 minute. Se lasă să se separe. Simultan cu proba de analizat se pregătește o probă martor. Se determină densitatea optică a colorației obținute atît la proba de analizat, cît și la proba martor, la spectrofotometru.

*Reactivi:* Ditizonă soluție concentrată — cca 0,1 g difeniltiocarbazidă se dizolvă în 1 000 ml tetraclorură de carbon și se păstrează la rece în sticle brune. După aceasta, se verifică dacă corespunde



Scanned with OKEN Scanner

determinării, agitînd 10 ml din această soluție cu 10 ml amoniac 1%. Dacă stratul de tetraclorură de carbon are numai o culoare slab galbenă, soluția se consideră bună. După verificare, se ia o parte din această soluție și se diluează cu 9 părți tetraclorură de carbon. Se păstrează în condiții similare cu prima soluție. Soluția diluată este stabilă maximum 20 de zile.

Citrat de sodiu, soluție — cca 10 g citrat de sodiu se dizolvă în 90 ml apă. După dizolvare, se exrage cu cîte 10 ml soluție concentrată de ditizonă pînă cînd ultimul extract rămîne verde. Apoi se extrage cu tetraclorură de carbon, pentru îndepărtarea excesului de ditizonă. Soluția obținută se folosește pentru clătirea finală a sticlăriei, care urmează a fi întrebuințată pentru determinare.

Acetat de sodiu, soluție tampon — se amestecă volume egale de acetat de sodiu 2 *n* și acid acetic 2 *n;* soluția se purifică în condiții identice cu soluția de citrat de sodiu.

Tiosulfat de sodiu 25% — soluția se purifică în aceleași condiții ca soluția de citrat de sodiu.

Soluție etalon pentru zinc — 4,398 g sulfat de zinc $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ se cîntăresc cu precizie de 0,001 g, se dizolvă în apă distilată și se trec cantitativ într-un balon cotat de 1 000 ml, după care se aduce la semn. Soluția se folosește proaspăt preparată. Un ml se diluează la 100 ml apă. În această stare conține 0,001 mg zinc.

### 1.2. Identificarea și determinarea cantitativă a anionilor pe fibre

Pentru determinarea anionilor, materialul fibros este supus unei extracții cu diferiți agenți de dizolvare corespunzători (apă, alcalii, acizi), iar extractul obținut se determină calitativ și cantitativ. În cazul prezenței anionilor sub formă insolubilă, este necesar să se determine cenușa, care apoi este dezagregată, fie cu amestec fondant de carbonat de sodiu și potasiu, fie cu acid clorhidric. Metoda de extracție utilizată poate influența proporția de impurități dizolvate. Se recomandă ca extracția să se facă cu apă distilată la fierbere și să fie ferită de contactul cu impuritățile din atmosfera din laborator (amoniac, bioxid de carbon, vapori acizi sau alcalini).

Pregătirea extractului apos necesar pentru identificarea și determinarea cantitativă a anionilor de pe fibră: se taie materialul fibros de analizat în porțiuni de 0,5 mm, avînd grijă să fie atins cu mîna cît mai puțin posibil. Se usucă pînă la masă constantă. Se cîntăresc 5—10 g material fibros, absolut uscat, cu precizie de $\pm$0,0001 g și se introduc într-un balon. Se adaugă apă distilată,



Scanned with OKEN Scanner

echivalent în ml cu de 20 ori masa probei, în g. Se montează un refrigerent ascendent și se fierbe timp de 60 minute. Apoi se scoate refrigerentul, se astupă imediat cu dopul și se răcește imediat la temperatura de (20±2)°C.

Pentru determinarea impurităților insolubile, se calcinează materialul fibros prin metoda calcinării uscate și se dezagregă cu acizi.

Determinarea silicaților insolubili se efectuează prin dezagregarea cu carbonat de sodiu și carbonat de potasiu a cenușii materialului fibros sau cu acid fluorhidric.

### 1.2.1. Determinarea clorului

**Identificare.** Azotatul de argint precipită din soluții diluate de cloruri un produs brînzos de clorură de argint, insolubil în acid azotic, dar solubil în hidroxid de amoniu, tiosulfat de sodiu, cianură de potasiu și acid clorhidric concentrat. Acetatul de plumb formează cu soluțiile de hipoclorit un precipitat alb care, prin păstrare devine roșu-portocaliu, apoi brun, din cauza formării oxidului de plumb.

O hîrtie de filtru îmbibată cu o soluție de iodură de potasiu și amidon (hîrtie de iod-amidon) se albăstrește sub acțiunea hipocloriților de pe țesătură.

Pentru diferențierea clorului activ de cel provenit din cloramine, se tratează materialul de analizat cu acid sulfuric 10% și se introduce hîrtie iod-amidonată. Coloratia albastră indică prezența clorului.

Pentru a stabili natura clorului se tratează materialul fibros cu apă oxigenată care nu reacționează cu cloraminele. Se spală cu apă distilată și se efectuează determinarea de mai sus. Apariția coloratiei albastre indică prezența cloraminelor.

Cloraminele, cu reactivul Nessler, dau un precipitat galben-portocaliu.

*Determinare cantitativă (metoda nefelometrică)*

Se ia o porțiune alicotă de 10 ml din extractul obținut prin metoda descrisă, se introduce într-un balon cotat de 50 ml, se adaugă 20 ml alcool, 10 ml soluție acid azotic 0,1 *n* și 10 ml azotat de argint 0,005 *n*. Balonul cu soluție se introduce în baia de apă cu o temperatură de 40°C, timp de 30 minute. În același timp se prepară în 3 baloane soluțiile etalon cu conținut diferit de clor. Pentru aceasta se ia, cu microbiureta sau cu micropipeta 2,5; 5,0;



Scanned with OKEN Scanner

7,5 ml soluție etalon, care conține 0,1 g clor și se tratează cum s-a arătat mai sus. După 30 minute se determină aproximativ care din soluțiile etalon este cea mai apropiată de soluția de analizat. Etalonul ales și soluția de analizat se răcesc repede pînă la temperatura camerei. Se umplu cuvele nefelometrului cu ambele soluții și se stabilește soluția etalon la o anumită înălțime, apoi se caută să se obțină echilibrul optic, apropiind de el, la început de la intensitatea mai mare a soluției analizate și apoi de la intensitatea mai mică a acestuia.

Calculul:

$$C_x = C_{et} \frac{L_{et}}{L_x},$$

în care:

$C_{et}$ și $C_x$ sînt concentrațiile soluției etalon și respectiv soluției de analizat;

$L_{et}$ și $L_x$ — înălțimea straturilor în cuvele nefelometrului.

*Aparatură:* nefelometrul.

*Reactivi:* soluție etalon (0,2103 g de clorură de potasiu recristalizat și retopit se dizolvă în apă; soluția se trece în balon cotat de 1 000 ml și se aduce la semn cu apă; 1 ml soluție conține 0,1 mg clor); acid azotic 0,1 *n*; azotat de argint 0,005 *n*.

### 1.2.2. Determinarea sulfului

**Identificare.** *Sulfați.* Clorura de bariu precipită din soluțiile de sulfați un precipitat alb cristalin de sulfat de bariu, practic insolubil în acizi minerali.

Rodizonatul de sodiu formează cu soluțiile sărurilor de bariu rodizonatul de bariu — precipitat roșu insolubil în acid clorhidric. Prin acțiunea soluției care conține ionii $SO_4^{2-}$, precipitatul roșu se decolorează din cauza formării sulfatului de bariu, mai greu solubil.

*Sulfiții.* Clorura de bariu formează un precipitat alb cu sulfiții ușor solubil în acizi. La o mică porțiune din soluția de analizat, se adaugă acid clorhidric 2 *n*. În prezența ionului $SO_3^{2-}$ se separă bioxidul de sulf cu miros înțepător. O hîrtie înmuiată într-o soluție acidulată de permanganat de potasiu se decolorează, iar o hîrtie înmuiată în nitroprusiat de sodiu se înroșește.

La soluția saturată de sulfat de zinc se adaugă ferocianură de potasiu, cîteva picături de nitroprusiat de sodiu și apoi cîteva picături din soluția care conține sulfit.



Scanned with OKEN Scanner

Precipitatul alb de hexaferocianură de zinc se colorează în purpuriu.

*Sulfuri.* Cea mai sensibilă reacție pentru ionul $S^{2-}$ este acțiunea dimetil-parafenilen-diaminei, în prezența clorurii ferice.

La soluția de analizat se adaugă 1/10 volum acid clorhidric concentrat și o mică cantitate de reactiv. După dizolvarea acestora se mai adaugă 1—2 picături dintr-o soluție de clorură ferică 0,1 *n* și se amestecă; peste cîtva timp apare o coloratie albastră intensă din cauza formării colorantului albastru de metilen.

Ionul $S^{2-}$ se mai identifică și prin degajare de hidrogen sulfurat, în urma adăugării acidului clorhidric.

O hîrtie umezită cu o soluție de plumbit de sodiu se acoperă datorită hidrogenului sulfurat, cu un strat strălucitor negru-brun de sulfură de plumb.

*Hiposulfiți și hidrosulfiți.* Se umezește materialul fibros cu apă distilată. Introducînd o hîrtie alcalină în indanthren galben între straturi de material fibros, în prezența hidrosulfitului se colorează în albastru.

*Determinarea cantitativă a sulfaților (metoda complexometrică*

Într-un vas Erlenmayer de 250 ml se introduc 100 ml din extractul apos al materialului fibros (proba 1), se neutralizează cu acid azotic normal, care se adaugă în mic exces și se fierbe pentru îndepărtarea bioxidului de carbon. La proba adusă la fierbere, se adaugă 10 ml de clorură de bariu și se lasă să se răcească. Se aduce volumul la 150 ml cu apă distilată lipsită de sulfați și se lasă în repaus pînă la depunerea precipitatului. Din lichidul limpede de deasupra se ia 50 ml, se adaugă 1 ml soluție tampon, 0,3 g negru Ericrom *T* și se titrează cu soluție complexon *III*, pînă la coloratia albastră netă, care nu se mai schimbă după adăugarea unei picături. Se determină apoi calciul și magneziul pe o probă de 25 ml soluție de analizat, la care se adaugă 25 ml apă distilată, 1 ml soluție tampon, 0,3 g negru Ericocrom *T* și se titrează cu soluție complexon *III*, pînă la viraj albastru net.

Calculul:

$$\text{Sulfați } (SO_4)^{2-} = \frac{[(4V + V_2) - 3V_1] \cdot 0{,}96 \cdot 1\,000}{100} = [(4V + V_2) - 3V_1 \cdot 9{,}6] \text{ [mg/l]},$$

în care:

$V_1$ este volumul soluției de complexon *III*, folosit la titrarea excesului de clorură de bariu din 100 ml probă de analizat, în ml;



Scanned with OKEN Scanner

$V$ — volumul soluției de complexon folosit la titrarea probei pentru determinarea calciului și magneziului, în ml;

$V_2$ — volumul soluției de clorură de bariu, adăugat la proba de analizat, în ml.

Determinarea cantitativă a sulfaților poate fi efectuată și prin metoda clasică gravimetrică de precipitare cu clorură de bariu.

*Reactivi:* complexon *III* 0,01 m (4 g complexon, adică sare de sodiu a acidului etilen-diamino-tetraacetic — se introduc într-un balon cotat de 1 000 ml împreună cu 0,1 g clorură de magneziu ($MgCl_26H_2O$) și se dizolvă în cca 800 ml apă; după dizolvare se aduce la semn cu apă); soluție tampon (într-un balon cotat de 1 000 ml se introduc 67,5 g clorură de amoniu și 570 ml amoniac 25%, iar după omogenizare, se completează la semn cu apă); clorură de bariu soluție (într-un balon cotat de 1 000 ml se dizolvă 2,443 g clorură de bariu cîntărită cu precizie de 0,0001 g în puțină apă, după care se aduce la semn cu apă; 1 ml soluție corespunde la 1 mg carbonat de calciu sau 0,96 mg sulfat); negru Eriocrom *T* în clorură de sodiu (se mojarează 100 g clorură de sodiu cu 1 g Eriocrom *T* și se omogenizează).

*Determinarea cantitativă a sulfaților (metoda conductometrică)*

Metoda se bazează pe măsurarea conductivității, care are loc în timpul precipitării sulfaților solubili din extractul apos, în prezența acetonei care scade produsul de solubilitate și mărește sensibilitatea reacției.

**Tehnica de lucru.** 10 g material fibros absolut uscat cîntărit cu precizie de $\pm$0,0001 g se introduce într-un balon de 500 $cm^3$, se adaugă 300 $cm^3$ apă bidistilată încălzită la temperatura de 70—80°C și se atașează la un refrigerent ascendent pe baia de apă la fierbere, unde se menține timp de 2 ore, agitînd conținutul balonului la fiecare 30 minute. După terminarea extracției, se filtrează conținutul fierbinte printr-un creuzet filtrant $1G_4$, la vid. Se repetă filtrarea, pînă cînd filtratul nu mai conține fibre. Se spală fibrele din creuzet cu 50 $cm^3$ apă bidistilată, fierbinte, care se adaugă la filtrat. Se trece filtratul obținut într-un pahar Berzelius, se spală vasul de trompă cu apă bidistilată și se adaugă în extractul din pahar. Se concentrează filtratul obținut în paharul Berzelius prin evaporare pînă la un volum de cca 50 $cm^3$, apoi se răcește și se trece într-un balon cotat de 100 $cm^3$. Se aduce la semn cu apă distilată. Se pipetează 50 $cm^3$ de extract din balon, se introduc în vasul de titrare sau celula de conductivitate și se adau-



Scanned with OKEN Scanner

gă 25 $cm^3$ de acetonă. Se imersează electrozii de platină platinați, se conectează cu puntea de rezistență și cu conductometrul. Se agită soluția cu agitatorul magnetic și se titrează cu o soluție de acetat de bariu cu ajutorul unei microbiurete, vîrful microbiuretei trebuind să intre adînc în soluția din vas sau celulă. În timpul titrării, temperatura trebuie să fie menținută constantă la (25 ± 2)°C. După fiecare adaos de soluție de acetat de bariu se așteaptă pînă ce valoarea indicată de conductometru rămîne constantă, pentru a se face citirea. Pe baza citirilor făcute se construiește o curbă înscriind pe abscisă volumele de soluție de acetat de bariu adăugate, în $cm^3$, iar pe ordonată valorile respective indicate de conductometru. Din curba reprezentată se deduce punctul de echivalență, prin intersecția prelungirii porțiunii liniare a celor două curbe și coborîrea perpendicularei pe abscisă.

Conținutul de sulfați solubili, se exprimă în g ioni $SO_4^{2-}$ la 100 g material fibros absolut uscat și se calculează cu relația:

$$\text{Ioni sulfat } (SO_4^{2-}) \frac{2 \cdot V \cdot 0{,}0048 \cdot 100}{m} \cdot 100,$$

în care:

$V$ reprezintă volumul soluției de acetat de bariu 0,1 $n$ corespunzător punctului de echivalență;

0,0048 — cantitatea de ioni de sulfat, în g, corespunzătoare la 1 $cm^3$ soluție de acetat de bariu 0,1 $n$;

$m$ — masa materialului fibros analizat, în g;

2 — raportul dintre volumul soluției din balonul cotat și volumul soluției luate pentru determinare.

*Aparatură:* conductometru format dintr-o punte de rezistență, putînd măsura minimum $10^6$ Ω cu o precizie de 5%, prevăzută cu un vas de titrare sau o celulă de conductivitate și electrozi de platină platinați.

Platinarea și depozitarea electrozilor de platină se face prin electroliza unei soluții care conține 3 g clorură de platină și 0,02 g acetat de plumb la 10 $cm^3$ de apă, la o densitate de curent de 35—45 mA la temperatura camerei. Intensitatea curentului se reglează astfel încît la electrolizii de platină să existe o ușoară dezvoltare de bule de gaz.

Electrozii strălucitori de platină trebuie să fie curățați cu hîrtie de șlefuit și apoi supuși electrolizei timp de cca 10 minute cu inversarea curentului din două în două minute în timp ce la electrozii deja folosiți, este suficientă o electroliză de cca 1—2 minute. După platinare, electrozii trebuie să prezinte un strat adînc, negru, asemănător catifelei. Pentru a îndepărta reziduul ab-



Scanned with OKEN Scanner

sorbit din soluția folosită pentru electroliza electrozilor platinați, electrozii trebuie bine clătiți cu apă distilată.

Controlul bunei spălări a electrozilor se face astfel: se introduc în vasul de măsurare 50 $cm^3$ de apă bidistilată ($pH=7,0\pm0,2$) la temperatura camerei și se măsoară conductivitatea apei la începutul și sfîrșitul unui interval de timp de 10 minute. Dacă conductivitatea a crescut, se repetă operația de spălare.

La depozitare, electrozii trebuie păstrați în apă distilată pentru a asigura o umezire completă și uniformă. La manipulare, trebuie avut grijă să nu se atingă stratul negru de platină.

*Aparatură.* Agitator magnetic.

*Reactivi:* Acetonă (liberă de $SO_4$); acetat de bariu soluție 0,1 *n;* apă bidistilată cu $pH=7,0\pm0,2$.

*Determinarea cantitativă a sulfului (metoda gravimetrică)*

Se cîntăresc 10 g material fibros și se tratează cu 100 ml soluție hidroxid de sodiu 2% sau 50 ml hidroxid de sodiu *n*. Se fierbe un sfert de oră apoi se filtrează și se spală cu apă fierbinte în porțiuni mici (se presează materialul fibros cu cilindrul în timpul spălării; se încearcă sfîrșitul spălării cu fenolftaleină). Apele de spălare și filtratul se aduc la balon cotat de 1 000 ml. Din balonul cotat se ia 100—200 ml, se adaugă 5—10 ml perhidrol și se fierbe. Se neutralizează cu acid clorhidric normal în prezența metiloranjului; se adaugă 10 ml în exces și se precipită la 90°C cu soluție de cloruă de bariu 10%. Se lasă precipitatul în repaos peste noapte, se filtrează pe hîrtie de filtru cu bandă albastră, se spală cu apă fierbinte și se calcinează la 900°C într-un creuzet de porțelan adus în prealabil la masă constantă; 1 g sulfat de bariu corespunde la 0,4114 g $SO_4$.

*Determinarea cantitativă a sulfului elementar la viscoză (metoda volumetrică)*

Se extrage sulful elementar din probă cu soluție de sulfit de sodiu și se dozează volumetric tiosulfatul rezultat.

**Tehnica de lucru.** 5—6 g fibre de viscoză absolut uscate, cîntărite cu precizie de $\pm0,0001$ g se introduc într-un balon cotat de 300 $cm^3$. Se adaugă 100 $cm^3$ soluție de sulfit de sodiu și cîteva bile de sticlă sau porțelan. Se adaptează balonul la refrigerent și se fierbe pe sită de azbest la o înălțime de 5—6 cm de flacără, pentru ca fierberea să fie liniștită. După o oră de fierbere, refrigerentul se spală cu puțină apă distilată și se desprinde balonul.



Scanned with OKEN Scanner

Conținutul balonului se filtrează prin pîlnie Büchner și se spală cu cca 200 $cm^3$ de apă distilată fierbinte. Filtratul împreună cu apele de spălare ale balonului se trec într-un vas conic de 500 $cm^3$. În filtratul răcit se adaugă cca 10 $cm^3$ formaldehidă (pînă la coloratie roz) și se lasă în repaos timp de 30 minute. Se acidulează cu 10 $cm^3$ acid acetic, se adaugă 1—2 $cm^3$ soluție de amidon și se titrează cu soluția de iod pînă la coloratia albastră. Se efectuează în aceleași condiții o determinare martor fără proba de analizat.

Conținutul de sulf elementar raportat la materialul absolut uscat se calculează cu relația:

$$\text{Sulf} = \frac{(V_1 - V_2)\ 0{,}0016}{m} \cdot 100\ [\%],$$

în care:

$V_1$ este volumul soluției de iod 0,05 n folosit la titrarea probei de analizat în $cm^3$;

$V_2$ — volumul soluției de iod 0,05 n folosit la titrarea probei martor în $cm^3$;

0,0016 — cantitatea de sulf, în g, corespunzătoare la 1 $cm^3$ soluție iod 0,05 *n*;

$m$ — masa probei luate pentru determinare, în g.

*Determinarea cantitativă a sulfurilor (metoda volumetrică)*

Metoda se aplică asupra extractului alcalin care se obține în modul descris la determinarea sulfului în viscoză. Se ia 100 ml din balonul cotat într-un vas Erlenmayer cu dop rodat, se adaugă 10 ml iodură de potasiu 10%, 20 ml bicromat de potasiu 0,1 *n*, 10 ml acid clorhidric 20% și se agită. Se titrează cu tiosulfat de sodiu 0,1 n în prezența amidonului, pînă la virarea culorii în verde.

$$\text{sulf din sulfuri} = \frac{0{,}0016\ (V - V_1)}{G} \cdot 100\ [\%],$$

în care:

$V$ este volumul bicromatului de potasiu 0,1 *n*, în ml;

$V_1$ — volumul tiosulfatului de sodiu 0,1 *n* folosit la titrare, în ml;

$G$ — masa materialului fibros luat pentru analiză, în g;

0,0016 — cantitatea de sulf din sulfuri, în g, corespunzătoare la 1 ml bicromat de potasiu 0,1 *n*.



Scanned with OKEN Scanner

### 1.2.3. Determinarea bioxidului de siliciu

Silicaţii metalelor alcaline de pe materialul fibros hidrolizează în apă. Acizii măresc hidroliza în prezenţa lor, acidul silicilic putînd fi complect precipitat.

Pentru identificarea silicaţilor insolubili de pe materialele fibroase, se calcinează pînă la masă constantă, iar cenuşa obţinută se introduce într-o nacelă de platină; se adaugă apoi un exces de fluorură de calciu şi acid sulfuric concentrat şi se încălzeşte.

Fluorura de siliciu care se formează tulbură o picătură de apă suspendată în bucla unui fir de platină, din cauza formării acidului salicilic.

Acidul silicilic formează cu molibdatul de amoniu, în soluţie de acid azotic, un silicomolibdat de amoniu solubil, de culoare galbenă. Acidul fosforic împiedică această reacţie: acţiunea sa se înlătură prin adăugare de acid oxalic.

*Determinarea bioxidului de siliciu (metodă spectrofotometrică)*

Materialul fibros de analizat se calcinează, cenuşa obţinută se dezagregă cu carbonat de sodiu şi potasiu. Topitura obţinută se dezagregă acid, iar silicea sub formă de complex albastru silicomolibdenic se determină spectrofotometric.

**Tehnica de lucru.** Cenuşa obţinută prin calcinarea a 5 g de material fibros la temperatura de 700°C se dezagregă cu 1 g de amestec carbonaţi. Creuzetul se acoperă cu capacul şi se introduce în cuptor la temperatura de 800°C, timp de 30 minute pentru a se obţine o topitură lichidă. După ce se răceşte creuzetul, topitura se dizolvă în 10 $cm^3$ apă distilată fierbinte şi se trece cantitativ într-o capsulă de platină, care se acoperă cu o sticlă de ceas. Se adaugă cu multă atenţie (ridicînd puţin sticla de ceas) 10 $cm^3$ acid clorhidric cu care se spală în prealabil creuzetul, în care a fost făcută dezagregarea şi se încălzeşte fără a se ajunge la fierbere, pînă ce se obţine o soluţie clară fără urme de precipitat şi din care s-a eliminat complet bioxidul de carbon. Conţinutul capsulei se trece cantitativ într-un balon cotat de 200 $cm^3$, se spală de 2—3 ori capsula adunîndu-se apele în acelaşi balon şi se aduce volumul la semn cu apă distilată. Din soluţia astfel obţinută, se ia într-un pahar Berzelius, un volum $V$ măsurat cu biureta, căruia i se aduce *p*H-ul la 1, prin adăugare de acid sulfuric (*p*H-ul se controlează cu *p*H-metrul). Cantitatea de soluţie care se ia pentru determinarea spectrofotometrică fiind în funcţie de conţinutul de $SiO_2$ va fi astfel aleasă încît extincţia să fie cuprinsă pe curba

de etalonare. Se adaugă 3 $cm^3$ soluție de molibdat de amoniu, se agită și se lasă să stea 15 minute, apoi se adaugă 2 $cm^3$ soluție de hidrochinonă-sulfit de sodiu, se agită, se neutralizează la $pH=7$, adăugînd soluție de carbonat de sodiu. Se trece cantitativ conținutul într-un balon cotat de 100 $cm^3$, se aduce volumul balonului la semn și se lasă să stea 20 de minute. Se pregătește o probă de referință dintr-o topitură de 1 g amestec de carbonat de sodiu și potasiu și 10 $cm^3$ acid clorhidric. Se aduce volumul la semn într-un balon cotat de 200 $cm^3$. Pentru determinare se ia același volum de soluție ca și pentru proba de analizat și se procedează în mod identic. Se măsoară extincția soluției față de soluția probei de referință, într-o cuvă de 1 cm sau 0,5 cm, la lungimea de undă de 620 nm la spectrofotometru.

Pentru trasarea curbei de etalonare, într-un creuzet de paltină se cîntăresc 200 mg bioxid de siliciu chimic pur, cu precizie de $\pm 0{,}0001$ g și se calcinează la temperatura de 1 050°C pînă la masă constantă. Se adaugă 10 g amestec de carbonați, se topește în cuptor la temperatura de 800°C timp de 30 minute, se răcește și se dizolvă în apă distilată caldă. Conținutul se trece cantitativ într-un balon cotat de 1 000 $cm^3$ și se aduce volumul la semn cu apă distilată. Această soluție se păstrează în sticlă de polietilenă.

În același mod se prepară o probă de referință dintr-o topitură de 10 g amestec de carbonați. Se pipetează succesiv 1—2—3—4—5 $cm^3$ soluție de bioxid de siliciu în cîte o capsulă de sticlă, se diluează la aproximativ 20 $cm^3$ cu apă distilată și se procedează în continuare în modul indicat mai sus. Se măsoară extincția soluției de $SiO_2$ astfel obținută față de soluția probei de referință (respectiv 1, 2, 3, 4 și 5 $cm^3$ din soluția de referință) la spectrofotometru. Se trasează curba de etalonare $E=f(c)$, avînd pe abscisă cantitatea de bioxid de siliciu cunoscută, în mg, iar pe ordonată extincția respectivă citită la spectrofotometru.

Conținutul de bioxid de siliciu, raportat la materialul fibros absolut uscat, se calculează cu relația:

$$\text{bioxid de siliciu} = \frac{C \cdot 200 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000} \quad [\%],$$

în care:

$C$ este cantitatea de bioxid de siliciu citită pe curba de etalonare, în mg;

$m$ — masa materialului absolut uscat, în g;

$V$ — volumul soluției luate din balonul cotat de 200 $cm^3$, în ml.



Scanned with OKEN Scanner

*Aparatură:* spectrofotometru; *p*H-metru cu electrod de sticlă şi de calomel cu precizia de ±0,005 unităţi pe *p*H; creuzet de platină cu capac.

*Reactivi:* bioxid de siliciu ($SiO_2$) c.p.; molibdat de amoniu soluţie 10%; carbonat de sodiu soluţie 10%; hidrochinonă — sulfit de sodiu, soluţie (se dizolvă 5 g hidrochinonă şi 350 g $Na_2SO_37H_2O$ în apă distilată şi se aduce la semn într-un balon cotat de 1 000 $cm^3$); acid clorhidric ($\rho$=1,19); hidroxid de sodiu, soluţie 18%; carbonat de sodiu şi potasiu anhidru amestec 1+1; acid sulfuric 0,1 *n*.

### 1.2.4. Determinarea fosfaţilor

Fosfaţii se determină în mod obişnuit prin extracţia fibrelor în acid azotic 0,1 *n* sau în cenuşa obţinută prin calcinarea uscată şi dizolvarea în acid azotic diluat.

**Identificare.** Cea mai bună reacţie pentru fosfaţi este obţinerea precipitatului galben de fosfomolibdat de amoniu. La soluţia de molibdat de amoniu se adaugă acid azotic concentrat pînă la dizolvarea precipitatului alb de acid molibdenic, care apare la început şi apoi se adaugă o cantitate mică din soluţia de analizat; în funcţie de conţinutul în fosfat, apare o coloraţie galbenă sau un precipitat galben.

Pentru identificarea unor cantităţi mici de fosfaţi, se adaugă la soluţia de molibdat de amoniu care conţine acid azotic, soluţia analizată şi apoi benzidina; apare o coloraţie albastră stabilă din cauza formării produşilor de oxidare ai benzidinei şi a produşilor de reducere ai molibdenului.

*Determinarea cantitativă a fosfaţilor (metoda colorimetrică)*

Se ia o porţiune alicotă din extractul materialului fibros, într-o capsulă de porţelan şi se evaporă la sec. Reziduul se reia cu cca 10 ml acid azotic, se evaporă din nou, se reia cu apă distilată, se filtrează şi se spală cu apă distilată. Se face o nouă evaporare a filtratului, în prezenţă de acid azotic şi se reia din nou reziduul cu apă şi cîteva picături de acid sulfuric. Se filtrează într-un tub Nessler sau eprubetă colorimetică, iar filtratul se readuce cu apă bidistilată, la volumul iniţial de 50 ml.

În alt tub sau eprubetă similară se introduc 10 ml soluţie etalon diluată pentru fosfaţi şi se aduce cu apă distilată la 50 ml. Se adaugă în ambele tuburi sau eprubete cîte 2 ml acid sulfomolibdenic şi două picături de clorură stanoasă. După adăugarea fiecărui



Scanned with OKEN Scanner

reactiv se agită. Apare imediat o coloraţie albastră. După 10 minute se determină conţinutul de fosfaţi cu ajutorul unui fotocolorimetru.

*Reactivi:* acid sufomolibdenic (5 g molibdat de amoniu se dizolvă în apă distilată, se adaugă 3 ml acid sulfuric ($\rho$=1,83 şi se aduce cu apă distilată la 100 ml; soluţia se poate folosi timp de maximum 8 ore de la preparare); clorură stanoasă soluţie (2,5 g clorură stanoasă $Cl_2Sn \cdot 2H_2O$ se dizolvă în 10 ml acid clorhidric concentrat şi se aduce cu apă la 100 ml; soluţia se poate folosi timp de maximum 4 ore de la preparare); soluţie etalon pentru fosfaţi (1,433 g fosfat de potasiu primar $KH_2PO_4$ se trec cantitativ într-un balon cotat de 1 000 ml şi se aduc la semn cu apă; 1 ml din această soluţie se diluează cu apă la 100 ml; 1 ml din soluţia diluată conţine 0,001 mg fosfat).

### 1.2.5. Determinarea azotaţilor şi azotiţilor

Azotaţii şi azotiţii se determină în extractul apos al materialului fibros.

**Identificare.** Reacţia cu brucină este specifică pentru azotaţi numai în soluţie puternic sulfurică. În volumul de soluţie analizată se adaugă 4 volume de acid sulfuric concentrat, se răceşte şi prin şedere trece în galben-auriu. Este indicat ca într-o capsulă mică de porţelan să se toarne cîţiva ml de acid sulfuric concentrat, să se introducă un cristal mic de brucină şi apoi cîteva picături din soluţia de analizat. În prezenţa ionului azotat apare o coloraţie roşie-aurie. În condiţiile descrise mai sus reacţionează numai ionul azotat. Dacă se adaugă însă, un volum din soluţia analizată, 1—2 volume de acid clorhidric concentrat şi apoi se adaugă 0,1 g brucină, în prezenţa azotaţilor se obţine o coloraţie roşie. Reacţia este specifică în absenţa oxidanţilor.

Azotiţii se mai identifică cu amestec de acid sulfuric şi α-naftilamină. La soluţia de analizat se adaugă 2—3 ml din soluţia acetică de acid sulfanilic, se încălzeşte la 80°C şi apoi se adaugă un volum egal de α-naftilamină. Apare o coloraţie roşie.

*Determinarea cantitativă a azotaţilor (metoda sfectrofotometrică)*

Ionii de azotat ($NO_3^-$), din extractul apos al materialului fibros, reacţionează cu acidul fenoldisulfonic formînd derivatul nitrofenolsulfonic de culoare galbenă. Intensitatea culorii se măsoară

spectrofotometric, la lungimea de undă 410 nm, pentru conținuturi pînă la 10 mg $NO_3^-$ /100 g și la lungimea de undă de 480 nm pentru conținuturi de 10—100 mg $NO_3^-$ /100 g.

**Tehnica de lucru.** La determinarea azotaților din extractul apos a materialului fibros interferează clorurile, azotiții și hidrogenul sulfurat. Pentru îndepărtarea clorurilor, extractul apos se tratează cu sulfat de argint pînă la precipitarea completă a clorurilor, se încălzește precipitatul format de clorură de argint care se îndepărtează prin centrifugare sau filtrare cantitativă pe hîrtie de filtru cu porozitate mică. Volumul filtratului se aduce la volum de 100 $cm^3$, prin evaporarea pe baie de apă. Cînd extractul apos conține azotiți, aceștia sînt oxidați la azotați. Pentru aceasta într-o capsulă de porțelan se introduc 10 $cm^3$ probă de analizat, se adaugă 0,1 $cm^3$ acid sulfuric și 2—3 picături de soluție de apă oxigenată, agitînd continuu. Proba tratată se lasă în repaus timp de 15 minute, apoi se determină azotații în modul descris mai jos. În alți 10 $cm^3$ extract apos se determină concentrația în azotiți, iar din valoarea obținută pentru azotați se scade cea corespunzătoare azotiților și rezultă astfel conținutul real de azotați.

Hidrogenul sulfurat se îndepărtează prin tratarea extractului apos cu 0,2 g carbonat de plumb și se aerează prin agitare cu agitatorul magnetic, la turația maximă timp de cca 15 minute. După decantare sau centrifugare se iau 10 $cm^3$ din soluție, se introduc într-o capsulă de porțelan și se evaporă la sec pe baia de apă. Se adaugă 0,5 $cm^3$ acid fenoldisulfonic, rotind capsula, astfel încît aceasta să vină în contact cu tot reziduul din capsulă. Se lasă 15 minute în repaus și se adaugă soluție de amoniac, în porțiuni de cîte 1 $cm^3$, pînă cînd se obține intensitatea maximă a culorii. Conținutul capsulei se introduce într-un cilindru gradat și se completează cu apă pînă la 10 $cm^3$. Soluția obținută se introduce în cuve cu grosimea stratului de 1 cm, la lungimea de undă de 410 nm sau 480 nm în funcție de conținutul de azotați.

Ca soluție de referință se folosește o soluție pregătită în mod identic cu proba de analizat. Valoarea obținută pentru extincție se citește pe curba de etalonare și se află concentrația de azotați, în mg. Pentru trasarea curbei de etalonare, în baloane cotate de 100 $cm^3$ se introduc cîte 0—0,5—1,0—5—10—25—50—75 și 100 $cm^3$ soluție etalon pentru azotați, completîndu-se cu apă pînă la semn. Soluțiile conțin 0—0,05—0,1—0,5—1,0—2,5—5,0—7,5 și 10 mg $NO_3^-$. În continuare se procedează în modul descris mai sus. Se fotometrează soluțiile față de soluția 0, ca soluție de referință, iar valorile obținute se înscriu pe curbă ce reprezintă variația extincției

în funcție de concentrația de azotați, în mg. Conținutul de azotați se calculează cu relația:

$$\text{Azotați } (NO_3^-) = \frac{C}{m} \cdot 100 \ [\%],$$

în care:

$C$ reprezintă conținutul de azotați în soluția fotometrată citit pe curba de etalonare, în mg;

$m$ — masa probei analizate, în g.

*Aparatură:* spectrofotometru și cuve cu grosimea stratului de 1 cm; agitator magnetic.

*Reactivi:* acid fenol-disulfonic (cca 15 g fenol se purifică prin distilare, sub nișă, îndepărtîndu-se primele picături de distilat; apoi cca 10 g fenol distilat se prind într-un pahar cilindric de 100 $cm^3$ și se cîntăresc; peste fenolul cîntărit se adaugă acid sulfuric $\rho$=1,84 în prealabil fiert sub nișe, pînă la degajarea vaporilor nitroși și apoi răcit; volumul de acid sulfuric utilizat este de 6,5 părți în masă la o parte în masă fenol); acid sulfuric 10%; amoniac, soluție 25%; apă oxigenată, soluție 3% vol.; carbonat de plumb; soluție etalon pentru azotați (0,163 g azotat de potasiu $KNO_3$ în prealabil uscat în etuvă cca 4 ore la (105±2)°C, se introduc într-un balon cotat de 1 000 $cm^3$ și se completează cu apă pînă la semn; 1 $cm^3$ soluție etalon conține 0,1 mg $NO_3^-$); sulfat de argint, soluție (0,4397 g sulfat de argint se dizolvă și apoi se diluează la 100 $cm^3$ cu apă; 1 $cm^3$ soluție de sulfat de argint corespunde la 1 mg ioni $Cl^-$).

*Determinarea cantitativă a azotiților (metoda spectrofotometrică)*

Ionii de azotiți ($NO_2^-$), în mediu acid, reacționează cu acidul sulfanilic formînd compuși de diazoniu care, la $p$H=2,0—2,5 cuplează α-naftilamina, cu formarea unui colorant azoic de culoare roșie; intensitatea culorii se măsoară fotometric la lungimea de undă de 520 nm.

**Tehnica de lucru.** 10 ml extract apos a 5 g material fibros (pregătit în modul indicat la pct. 1.4.) se introduc într-o eprubetă, se adaugă 0,5 $cm^3$ de soluție de α-naftilamină și 0,5 $cm^3$ soluție de acid sulfanilic, agitîndu-se bine după adăugarea fiecărui reactiv. După 20 minute soluția obținută se fotometrează, în cuve cu grosimea stratului de 1 sau 2 cm la lungimea de undă de 520 nm, folosind ca soluție de referință o soluție pregătită în mod identic cu proba de analizat, cu apă bidistilată însă fără materialul textil.



Scanned with OKEN Scanner

Valoarea obținută pentru extincție se citește pe curba de etalonare și se află concentrația de azotiți, în mg.

Trasarea curbei de stalonare se execută introducînd în baloane cotate de 100 $cm^3$ cîte: 0—1—2—3—4—6—10—15—20—40—60 și 100 $cm^3$ soluție etalon *B*, complectîndu-se cu apă la semn. Soluțiile conțin: 0,0005—0,0010—0,0015—0,0020—0,0030—0,0050—0,0075 — 0,0100—0,0200—0,0300 și 0,0500 mg $NO^2$ . În continuare, se procedează în modul descris la determinarea azotiților la proba de material textil. Se fotometrează soluțiile față de soluția *O*, care constituie soluția de referință, iar valorile obținute se înscriu pe o curbă ce reprezintă variația extincției în funcție de concentrația de azotiți, în mg.

Conținutul de azotiți se calculează cu relația:

$$\text{Azotiți}(NO_2^-) = \frac{C}{m} \cdot 100 \ [\%],$$

în care:

*C* constituie conținutul de azotiți în soluția fotometrată citit pe curba de etalonare în mg;

*m* — masa probei de analizat, în mg.

*Aparatură:* spectrofotometru.

*Reactivi:* α-naftilamină, soluție acetică (0,5 g α-naftilamină se dizolvă în 50 $cm^3$ apă fierbinte, într-un balon cotat de 100 $cm^3$, se răcește și se completează cu acid acetic 30% pînă la semn; dacă soluția este opalescentă se filtrează prin creuzet filtrant $G_4$); acid sulfanilic, soluție acetică (1,6 g acid sulfanilic se dizolvă în 100 $cm^3$ acid acetic 30%); soluție etalon pentru azotiți (0,15 g azotit de sodiu $NaNO_2$ se trec cantitativ într-un balon cotat de 100 $cm^3$ și se aduce la semn cu apă; soluția se folosește proaspăt preparată; 0,5 $cm^3$ din această soluție se diluează la 1 000 $cm^3$ cu apă distilată; 1 $cm^3$ din această soluție conține 0,0005 mg $NO_2^-$).

### 1.3. Determinarea substanțelor solubile în apă

Conținutul de substanțe solubile în apă este inclus în multe din specificațiile oficiale, care stabilesc limite pentru cantitatea permisă de impurități solubile în apă admisibilă.

Metoda de extracție utilizată poate influența cantitatea de impurități dizolvată, iar extractele în apă rece diferă față de extractele în apă fierbinte. Unii autori recomandă ca extractele să se facă la temperatura de 60°C pînă la 70°C. Deasemenea cantitatea de apă distilată pe unitate de masă de material textil va influența



Scanned with OKEN Scanner

pH-ul și conținutul de substanțe solubile. De aceea se recomandă ca extracția să se facă în apă distilată la fierbere și să se ia precauții pentru ca extractul să nu fie contaminat cu impuritățile din atmosfera din laborator (bioxid de carbon, vaporii de acizi, amoniac).

**Tehnica de lucru.** Pentru determinarea conținutului de substanțe solubile în apă la fierbere se iau 5—10 g material fibros, absolut uscat și cîntărit cu precizie de $\pm$0,0001 g care se introduc într-un balon prevăzut cu șlif Se adaugă (20$\pm$0,1) ml apă bidistilată pe gram de material fibros. Se adaptează un refrigerent cu reflux, se aduce repede la fierbere și se continuă fierberea timp de 60 minute. Apoi se deconectează refrigerentul și se închide balonul cu apă, imediat. Se răcește rapid la temperatura de (20$\pm$2)°C. Extractul obținut se introduce într-o capsulă de porțelan adusă la masă constantă și se evaporă la sec. Capsula cu reziduul uscat se usucă pînă la masă constantă, la temperatura de (105$\pm$3)°C și se cîntărește la balanța analitică.

Conținutul de substanțe solubile în apă se exprimă în procente față de masa materialului fibros inițial absolut uscat și se calculează cu relația:

$$\text{substanțe solubile} = \frac{r}{m} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$r$ este masa reziduului absolut uscat, în g;

$m$ — masa materialului fibros absolut uscat, în g.

### 1.3.1. Determinarea conținutului de substanțe solubile în apă la rece

Această determinare se execută mai ales pentru extracția impurităților solubile la lînă și pîsle.

**Tehnica de lucru.** 5—10 g material fibros absolut uscat cîntărit cu precizie de $\pm$0,0001 g se introduc într-un balon, se adaugă apă distilată în proporție (20$\pm$0,1) ml pentru materialele textile din fibre chimice și de (50$\pm$0,2) ml pentru lînă și pîslă. Se agită riguros timp de 30 s pentru a umezi materialul fibros. Extracția se completează prin agitarea mecanică a probei timp de încă 60 minute. Extractul apos se trece într-o capsulă de porțelan adusă la masă constantă, se evaporă la sec. Capsula cu reziduul se aduce din nou la masă constantă și se cîntărește cu precizie de $\pm$0,0001 g. Conținutul de substanțe solubile în apă se exprimă în procente față de masa materialului fibros analizat, absolut uscat.



Scanned with OKEN Scanner

## 1.4. Măsurarea conductivității extractului apos

Conductivitatea extractului apos al unui material textil, este conductivitatea electroliților prezenți care pot fi extrași cu apă în anumite condiții. Conductivitatea extractului apos este produsă de prezența impurităților electrolitice ca: acizi, baze, săruri, conținute de materialele textile sau de apa tehnologică, sau introduse în timpul procesului tehnologic. La electrolit conductivitatea este esențial ionică și se definește cu formula:

$$\sigma = \frac{1}{\rho},$$

în care:

$\sigma$ este conductivitatea;

$\rho$ — rezistivitatea.

Conductivitatea $\sigma$, a unui electrolit este conductivitatea unui $cm^3$ din acea soluție, situat între doi electrozi cu aria suprafeței de un $cm^2$, așezați la o distanță de 1 cm. Tehnica de lucru constă în determinarea rezistenței unui electrolit, utilizîndu-se o sursă de tensiune alternativă, care alimentează o celulă de conductivitate.

**Tehnica de măsurare.** Probele de material fibros se mărunțesc și se usucă în etuvă la temperatura de $(105 \pm 3)°C$ pînă la masă constantă. În timpul tăierii și cîntăririi se va evita orice contaminare și atingere cu mîna, lucrîndu-se cu mănuși, pensetă, foarfece. Se cîntăresc la balanța analitică 2 probe de cîte 5 g material fibros, absolut uscat și se introduc fiecare în cîte un vas conic. Se adaugă 100 $cm^3$ apă și se adaptează cîte un refrigerent ascendent la fiecare vas. În același fel se pregătește o probă martor care nu conține material fibros. Se încălzesc cele 3 vase conice pînă la fierberea ușoară a conținutului. Durata fierberii este de $(60 \pm 2)$ minute. Se scoate refrigerentul de la vasul care conține numai apă, se astupă cu un dop rodat și se răcește brusc pînă la temperatura de $(20 \pm 2)°C$. Aceasta constituie proba martor. Conținutul cu materialul fibros, din celelalte vase conice, se filtrează sub vid, separat, imediat după fierbere, printr-o pîlnie cu filtru $G_3$. După filtrare extractul apos din fiecare vas se diluează cu apă fierbinte pînă la 100 $cm^3$, în cîte un cilindru gradat de 100 $cm^3$. Se transvazează cele două probe în două pahare înalte de 150 $cm^3$ și se termostatează la temperatura de $(20 \pm 2)°C$. Paharele se acoperă cu un capac de cauciuc peste care se așază cîte o foaie de aluminiu. Imediat ce s-a obținut temperatura constantă de $(20 \pm 2)°C$, se introduce celula de conductivitate într-unul din cele două pahare, astfel încît electrozii să fie complet imersați și se agită ușor în

poziție verticală, pentru a îndepărta eventualele bule de aer de pe electrozi. Rezistența electrolitului se măsoară pe scara cea mai sensibilă a aparatului. Se agită celula și se repetă măsurările pînă se obțin 2—3 valori constante. Se execută măsurarea și pe cea de a 2-a probă de extract apos. Dacă diferența măsurătorilor la cele două probe este mai mare de 10%, se repetă determinarea. Înaintea fiecărei imersiuni a celulei de conductivitate în extractul apos, acesta se spală bine cu apă și se scutură ușor pentru a îndepărta apa de pe suprafața ei. În mod analog se măsoară conductivitatea apei la temperatura de $(20 \pm 0{,}2)$°C, la proba martor.

Valoarea conductivității extractului apos ($\sigma$) este diferența dintre conductivitatea soluției de măsurat și conductivitatea apei și se calculează cu relația:

$$\sigma = \left(\frac{K}{R_s} - \frac{K}{R_o}\right) \cdot 10^6 (\mu\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}),$$

în care:

$\frac{K}{R_s}$ reprezintă conductivitatea soluției de măsurat, în $\Omega^{-1}$, egală cu raportul dintre constanta celulei $K$ în $\text{cm}^{-1}$ și rezistența soluției de măsurat $R_s$, în $\Omega$;

$\frac{K}{R_o}$ — conductivitatea apei în $\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$, egală cu raportul dintre constanta celulei $K$, în $\text{cm}^{-1}$ și rezistența apei din proba martor $R_0$, în $\Omega$.

Corecția de temperatură se calculează cu formula:

$$\sigma_{T0} = \frac{\sigma T}{1 + 0{,}02\,\Delta T} (\mu\Omega^{-1}\text{cm}^{-1});$$

în care:

$\sigma_{T0}$ reprezintă conductivitatea extractului apos la temperatura de 20°C, în $\mu\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$;

$\sigma_T$ — conductivitatea extractului apos la temperatura măsurată $T$, în $\mu\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$;

0,02 — coeficientul mediu de variație a conductivității cu temperatura în extractul apos.

$$\Delta_T = T - T_0,$$

în care:

$T_0$ este temperatura de referință egală cu 20°C;

$T$ — temperatura la care s-a efectuat măsurarea, în °C.

Se recomandă ca $\Delta_T \leqslant 3$°C.

*Aparatură:* Oscilator, care să asigure frecvențele de lucru (de la 60—80 Hz pentru frecvență joasă; de la 1 000 la 3 000 Hz pen-



Scanned with OKEN Scanner

tru frecvență medie); punte de conductivitate pentru determinarea rezistenței electroliților, capabilă să măsoare rezistența pînă la $10^6\Omega$ cu o precizie de 3%, prevăzută cu un aparat indicator de O pentru frecvențele date (aparatele indicatoare de O pot fi: galvanometru cu vibrație pentru frecvența de la 60 Hz la 80 Hz; o cască de telefonie pentru frecvența de la 1 000 la 3 000 Hz).

În locul punții de conductivitate se poate folosi un conductivimetru electronic.

Celulă de conductivitate, care este de tip imersabil, confecționată din sticlă rezistentă la acizi și avînd electrozi din platină sau oțel inoxidabil, astfel protejați și montați încît poziția lor să nu se schimbe în timpul lucrului.

Aria suprafeței fiecărui electrod este de cca 1 $cm^2$.

Electrozii sînt astfel dispuși, încît prin imersarea celulei, să fie în întregime acoperiți cu lichidul de imersiune.

Constanta celulei se notează cu $K$.

$K=\frac{1}{A}$ adică raportul dintre distanța între electrozi și aria suprafeței lor. Valoarea acestui raport trebuie să fie cît mai aproape de 1 $cm^{-1}$.

Electrozii trebuie să fie platinați, pentru măsurările la frecvențele de la 60 pînă la 80 Hz.

Platinarea electrozilor se face prin electroliză. Electrolitul este o soluție de 3 g acid cloroplatinic și 0,01 g acetat de plumb la 100 $cm^3$ apă bidistilată. Electroliza se face la temperatura camerei cu o densitate de curent de 30 $mA/cm^2$ timp de 8 minute, inversînd curentul din 2 în 2 minute. După platinare, electrozii se spală energic cu apă bidistilată. Controlul îndepărtării oricărei urme de electrolit după spălare se face astfel: se cufundă celula de conductivitate în 50 $cm^2$ apă bidistilată la temperatura camerei, se măsoară conductivitatea apei la începutul și sfîrșitul unui interval de timp de 10 minute. Dacă se observă o creștere a conductivității, se repetă spălarea. Depozitarea celulei pentru scurtă durată (cîteva zile), se face în apă bidistilată, iar pentru o durată mai mare (cîteva săptămîni), se face în stare uscată, după o prealabilă spălare cu apă bidistilată.

Controlul constantei celulei se face introducînd în vasul de măsurare o soluție de clorură de potasiu 0,01 $n$ la temperatura de $(20\pm0{,}2)°C$. Se imersează celula de conductivitate și după stabilirea echilibrului termic se măsoară rezistența soluției.

Constanta celulei se calculează cu formula:

$$K=\sigma_0 R,$$

în care:

$K$ este constanta celulei, în $cm^{-1}$;

$R$ — rezistența măsurată, în $\Omega$;

$\sigma_0$ — conductivitatea soluției etalon de clorură de potasiu 0,01 n; la 20°C, această valoare este $1{,}495 \cdot 10^{-2} \Omega^{-1} cm^{-1}$.

Valorile conductivității soluției etalon între 15°C și 30°C sînt date în tabelul nr. 20.

*Tabelul 20*

**Variația conductivității cu temperatura la soluția de clorură de potasiu 0,01 *n* între 15°C și 30°C**

| T °C | $\Omega^{-1}$ cm$^{-1}$ | T °C | $\Omega^{-1}$ m$^{-1}$ | T °C | $\Omega^{-1}$ cm$^{-1}$ |
|---|---|---|---|---|---|
| 15 | 0,001147 | 21 | 0,001305 | 27 | 0,001468 |
| 16 | 0,001173 | 22 | 0,001332 | 28 | 0,001495 |
| 17 | 0,001199 | 23 | 0,001359 | 29 | 0,001522 |
| 18 | 0,001225 | 24 | 0,001386 | 30 | 0,001549 |
| 19 | 0,001251 | 25 | 0,001413 | | |
| 20 | 0,001278 | 26 | 0,001140 | | |

*Reactivi:* apă bidistilată cu conductivitate sub 2 μs $cm^{-1}$, la 25°C (în text — apă; se obține prin dublă distilare la un debit redus; cca 20% din debitul nominal al aparatului de distilat sau prin deionizare); apa bidistilată se conservă în flacoane de polietilenă sau din sticlă rezistentă la acizi și baze închise etanș); soluție etalon de clorură de potasiu 0,01 n (clorura de potasiu de calitate „chimic pur" sau echivalentă se usucă timp de 2 ore în etuvă la temperatura de 105°C, apoi se cîntăresc ($0{,}7455 \pm 0{,}001$ g), se dizolvă și se aduce la semn la temperatura camerei într-un balon cotat de 1 000 $cm^3$ cu apă bidistilată; soluția etalon se păstrează în flacoane cu dop rodat din sticlă rezistentă la acizi și baze).

## 1.5. Măsurarea pH-ului

Valoarea *p*H-ului dă informații asupra caracterului acid sau alcalin al extractului apos al materialului fibros. Determinarea *p*H-ului se face cu hîrtie indicatoare sau *p*H-metrul cu electrozi de sticlă. Determinarea *p*H-ului se folosește pentru toate tipurile de fibre și în orice treaptă de prelucrare.



Scanned with OKEN Scanner

La extractele puternic acide sau baze netamponate pot surveni influențe de peste două unități de *p*H datorită diluării excesive la extracție. În aceste cazuri (d.e. la aprecierea degradării fibrelor), măsurarea *p*H-ului se face după procedeul extrapolării.

**Tehnica de măsurare.** Proba pentru determinare se mărunțește. În timpul manipulării se recomandă ca proba să fie atinsă cît mai puțin posibil cu mîna. Se prepară, la temperatura camerei, pentru fiecare probă cîte 3 extracte apoase, în 3 vase conice cu dop rodat. Fiecare extract apos se obține din 2 g de lînă și 100 $cm^3$ apă distilată sau de puritate echivalentă. Apa folosită trebuie să aibă *p*H-ul cuprins între 5 ... 7.

Inițial, se agită puternic cu mîna fiecare vas timp de 30 s, pînă la umezirea completă a lînii. În continuare, se agită vasele conice (cu proba) timp de 60 minute, cu ajutorul agitatorului mecanic.

Este necesar ca extractele apoase, în special cele alcaline, să nu fie lăsate mult timp în contact cu aerul, deoarece bioxidul de carbon din aer poate modifica rezultatele. În vederea măsurării *p*H-ului extractului apos, se etalonează în prealabil, *p*H-metrul, conform instrucțiunilor de utilizare ale aparatului, pentru temperatura la care se va efectua măsurarea și folosind soluțiile tampon indicate.

Se spală electrozii de cîteva ori, cu apă distilată, pînă cînd *p*H-ul indicat nu se mai modifică.

Se decantează primul extract, obținîndu-se materialul fibros într-un pahar Berzelius, după care se tasează proba din vas cu ajutorul unei baghete. Se introduc imediat electrozii pînă la o adîncime de maximum 1 cm, astfel încît extractul să acopere complet bulbul electrodului de sticlă. Se agită foarte bine extractul apos cu o baghetă de sticlă pînă cînd acul indicator al aparatului ajunge într-o poziție fixă. Se citește valoarea corespunzătoare de pe scara gradată.

Se decantează al doilea extract apos într-un alt pahar Berzelius. Se transferă electrozii, fără ai spăla după prima măsurătoare în al doilea pahar și se introduc încet în lichid pînă la o adîncime de minimum 1 cm. Se așteaptă fără a agita lichidul, pînă cînd acul indicator al aparatului ajunge într-o poziție fixă. Se citește valoarea corespunzătoare de pe scara gradată.

Se decantează și cel de al treilea extract apos și se procedează ca mai sus. Ca rezultat se ia media aritmetică a valorilor *p*H-ului, obținute la al doilea și al treilea extract apos.

*Aparatura:* *p*H-metru; electrod de calomel și electrod de sticlă; agitator mecanic.



Scanned with OKEN Scanner

*Reactivi:* apă bidistilată; soluție etalon pentru etalonarea *p*H-metrului; etalon primar (ftalat acid de potasiu $HOOC \cdot C_6H_4 \cdot COOK$ 0,05 *M*; la 15°C — *p*H=4,000; la 20°C — *p*H=4,001; la 25°C — *p*H=4,005; la 30°C — *p*H=4,011); etalon secundar (tetraborat de sodiu decahidrat — $Na_2B_4O_7 \cdot 10 \cdot H_2O$, 0,05 *M*; la 10°C — *p*H=9,28; la 20°C — *p*H=9,21; la 30°C — *p*H=9,13; la 40°C — *p*H=9,06).

*Măsurarea pH-ului prin metoda extrapolării*

Determinarea *p*H-ului prin metoda extrapolării se recomandă cînd măsurarea la raportul de flotă 1 : 50 dă valori nesigure datorită diluării excesive îndeosebi la extractele puternic acide, puternic bazice sau netamponate. La lînă, datorită caracterului puternic amfoter a acestei fibre, procedeul extrapolării dă cele mai bune rezultate și se recomandă cînd valoarea *p*H-ului este mai mică de 3 sau mai mare de 11.

În general, la materialele textile din 100% lînă și la amestecurile de lînă cu alte fibre, este de preferat a se utiliza procedeul extrapolării.

Valoarea extrapolară a *p*H-ului este valoarea *p*H-ului aflată prin extrapolarea grafică sau prin calcul al extractului apos al fibrelor pentru un raport de flotă 1 : 0.

Metoda de măsurare a *p*H-ului prin extrapolare constă în a se face extracția fibrei la multe moduluri de flotă (1 : 50; 1 : 20; 1 : 10; 1 : 5). Se măsoară valoarea acestor extracte și se determină prin extrapolare grafică sau prin calcul, valoarea *p*H-ului pentru modulul de flotă 1 : 10. Ambele metode de calcul indică o bună concordanță.

**Tehnica de măsurare.** În 4 flacoane din polietilenă se cîntăresc cîte $(2 \pm 0{,}1)$ g material fibros și se adaugă apă distilată la modulurile de flotă 1 : 5 (10 ml), 1 : 10 (20 ml), 1 : 20 (40 ml) și 1 : 50 (100 ml). Se presează proba cu ajutorul unei baghete pentru a se asigura o bună umezire. Apoi se agită timp de 60 minute cu ajutorul unui agitator mecanic la temperatura de $(20 \pm 0{,}1)$°C. La extractul alcalin vasele se închid ermetic și se evită contactul cu atmosfera înconjurătoare pentru a împiedica influența acidului carbonic. Aerul din vas înainte de închidere se îndepărtează parțial. Extractul apos obținut se introduce într-un pahar berzelius, iar măsurarea valorii *p*H-ului se face la temperatura de $(20 \pm 1)$°C.

Se spală electrodul de sticlă cu apă distilată, apoi se îndepărtează picăturile rămase cu hîrtie de filtru cu reacție neutră și apoi se introduce pentru control în soluție tampon la temperatura de



Scanned with OKEN Scanner

(20±0,1)°C. Se agită soluția bine, pînă cînd valoarea *p*H-ului nu se mai modifică la intervale scurte de timp. Valori sigure se obțin cînd se începe cu extractul cel mai diluat (1 : 50) apoi se trece la cele mai concentrate. Electrodul după fiecare măsurătoare nu se spală cu apă distilată, ci cu următoarea soluție de măsurat. În cazul cînd extractul obținut la modulul de flotă 1 : 5 nu este suficient

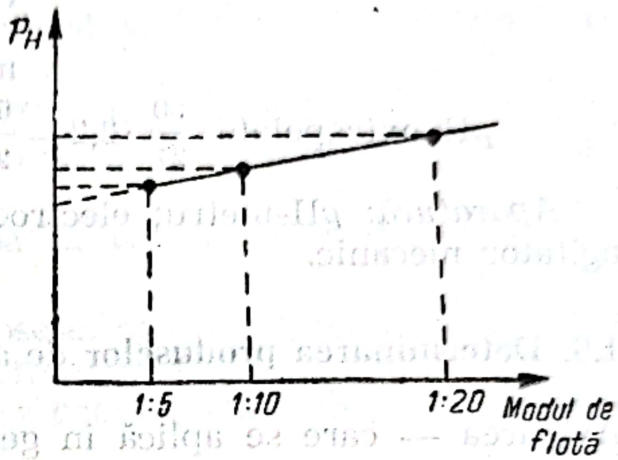



Fig. 24. Extrapolarea grafică a pH-ului.

pentru măsurare, se utilizează o cantitate mai mare de material fibros.

Pentru calculul valorii *p*H-ului prin extrapolare grafică se procedează astfel:

Valoarea medie a *p*H-ului pentru un anumit modul de flotă se înscrie într-un sistem de coordonate retangulare prezentate în figura 24.

Pe ordonată se trec valorile obținute la măsurarea *p*H-ului, iar pe abscisă modulurile de flotă utilizate. Se obține valoarea căutată a *p*H-ului, la intersecția prelungirii curbei cu ordonata. Pentru a micșora erorile de citire, trebuie aleasă în așa fel scara, încît curba să fie cît mai dreaptă.

De exemplu, la măsurarea extractului apos al unei țesături s-au obținut următoarele valori ale *p*H-ului:

| Raport de flotă | Valoarea pH-ului |
|---|---|
| 1 : 5 | 2,2 |
| 1 : 10 | 2,4 |
| 1 : 20 | 2,6 |
| 1 : 50 | 3,0 |

Din reprezentarea grafică prin extrapolare, dată în figura de mai sus se obține valoarea *p*H-ului=1,9.



Scanned with OKEN Scanner

Pentru calcularea valorii *p*H-ului prin extrapolare, prin calcul se aplică următoarea formulă:

$$p\text{H extrapolat} = \frac{80}{27} \cdot y5 - \frac{5}{2} \cdot y10 + \frac{5}{9} \cdot y20 - \frac{1}{54} \cdot y50,$$

în care:

$y5$, $y10$, $y20$, $y50$ reprezintă valorile *p*H-ului la raport de flotă (1 : 5; 1 : 10; 1 : 20; 1 : 50). Introducînd valorile *p*H-ului găsit în formulă se obţine valorile:

$$p\text{H extrapolat} = \frac{80}{27} \cdot 2{,}2 - \frac{5}{2} \cdot 2{,}4 + \frac{5}{9} \cdot 2{,}6 - \frac{1}{54} \cdot 3 = 1{,}9.$$

*Aparatură:* *p*H-metru; electrod de calomel şi electrod de sticlă; agitator mecanic.

## 1.6. Determinarea produselor de avivare

Avivarea — care se aplică în general tuturor fibrelor chimice are drept scop producerea unor apropieri a filamentelor care formează firul, de a creia o peliculă de protecţie în jurul firului respectiv, de a îmbunătăţii ţuşeul care în cazul fibrelor chimice este uneori mai aspru. Avivarea are o deosebită importanţă deoarece influenţează direct proprietăţile şi comportarea fibrelor chimice în procesele de prelucrare tehnologică.

Avivarea constă în tratarea fibrelor cu soluţii sau emulsii diluate, care conţin diferite substanţe capilare, active, cu scopul de a îmbunătăţii calitatea firului.

Ca substanţă de avivare se utilizează: uleiuri şi grăsimi vegetale, animale, săpunuri, uleiuri sulfatate şi sulfonate; substanţe proteice; uleiuri minerale; substanţe cationactive, anionactive sau neionogene.

În noţiunea de avivare se include şi preparaţia antistatică. În afara tratamentului de avivare, care prin el însuşi este un tratament antistatic, întrucît reduce coeficientul de frecare şi respectiv posibilitatea de încărcare electrostatică a fibrelor, în emulsiile de avivare se adaugă şi agenţi speciali de reducere a electricităţii statice acumulate pe fibre.

Majoritatea produselor destinate pentru tratare antistatică sînt compuşi organici avînd constituţia asemănătoare produselor tensioactive, adică sînt derivaţi ai acizilor graşi sau alcoolilor graşi avînd lungimea catenei de carboni situată între $C_{12}$—$C_{18}$, cu acizi anorganici ca acidul sulfuric şi fosforic. Caracterul lor din punct de vedere al ionogenităţii este predominant anionic. Faţă de gama



Scanned with OKEN Scanner

largă de produse ce se pot utiliza pentru tratarea fibrelor, analiza lor calitativă și cantitativă este dificilă. De aceea se determină de regulă numai cantitatea de produs de avivare pe fibre, fire, țesături, tricoturi, putînd determina totodată și uniformitatea distribuției. O deosebită importanță pentru exactitatea analizei o are alegerea solventului în funcție atît de natura produsului de tratare, cît și de natura suportului textil. Pentru determinarea cantitativă a substanțelor de avivare ale fibrelor chimice (poliamidice poliacrilnitrilice, poliesterice și celulozice cît și al fibrelor de mătase (viscoză) se utilizează următoarele metode:

— metoda volumetrică, pentru fibre poliamidice;

— metoda prin extracție cu solvenți, pentru fibre poliacrilnitrilice, poliesterice și celofibre;

— metoda prin spălare cu apă la temperatura de 75°C, pentru fire de mătase viscoză.

Ca solvenți de extracție se folosesc: alcool metilic (pentru fibre poliesterice) amestec 1 : 2 alcool etilic 96% vol și benzen (pentru celofibră), apă distilată (pentru fibre poliacrilonitrilice).

### 1.6.1. Identificarea produselor de tratare antistatică

Fibrele tratate antistatic se supun unei extracții cu apă distilată prin fierbere timp de o oră. Apa de spălare se evaporă pentru a se mări concentrația în substanțe de tratare și apoi se fac determinările cantitative, urmărindu-se succesiv existența substanțelor anionactive, a substanțelor neionogene etc.

*Substanțele anionactive*

Soluția, prin fierbere cu 3 ml acid acetic, produce la suprafață un strat uleios. Prin adăugare de clorură de bariu în acest strat, în cazul alcoolilor grași sulfatați va precipita sulfatul de bariu; prin adăugarea de acid clorhidric pînă la un *p*H=5—6, soluția se va tulbura; prin adăugarea de substanțe cationactive de asemenea soluția se va tulbura; prin adăugarea unei soluții de clorură de benzidină acidă soluția va cristaliza în prezența substanțelor anionactive.

*Substanțele cationactive*

Prin tratare cu substanțe anionactive, soluția se tulbură; prin tratare cu indicatorul albastru de brom fenol se obține o colorație albastră. Cu acid clorhidric formează un strat superior uleios.

*Substanțele neionogene*

Prin adăugarea unei soluții de iod la extract rezultă un reziduu maro. Prin fierberea extractului apos cu acid clorhidric timp de 3 ore, se produce un strat uleios; o picătură din produsul de analizat, adăugat într-o soluție de 5% tanin, după acidulare la *p*H 2,5, produce un precipitat galben-maro sau o tulbureală.

În 2 ml dintr-o soluție roz-violet, care conține 2,8 g azotat de cobalt și 174 g rodanat de amoniu, la 1 000 ml apă distilată, se adaugă cîteva picături din soluția extrasă; în cazul cînd soluția conține condensate molecule de oxid de etilenă, va apărea o culoare albastră cicoare, datorită formării unui complex de cobalt al produsului neionogen; reacția are loc la rece și este suficient de sensibilă.

*Determinarea cantitativă a substanțelor de avivare pe bază de uleiuri, și grăsimi*

Se cîntăresc cca 10 g fire, cu precizia de 0,0001 g, uscate pînă la masă constantă. Se introduc într-un aparat Soxhlet și se extrag substanțele grase cu eter de petrol. Din balonul cu extract, tarat în prealabil, se îndepărtează solventul prin distilare. Se introduce balonul în etuvă cu vid și se usucă la temperatura de 75°C pînă la masă constantă.

$$\text{ulei} = \frac{m_1}{m_2} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa uleiului extras, în g;

$m_2$ — masa firelor luate pentru analiză, în g.

*Reactivi:* eter de petrol p.f. (60—80)°C.

*Determinarea cantitativă a substanțelor de avivare solubile în apă*

Se iau cca 10 g de fire, cîntărite cu precizie de 0,0001 g și se usucă în etuvă cu vid la temperatura de 75°C, pînă la masă constantă. Se trec firele pe o pîlnie Büchner pe care s-a aplicat o hîrtie de filtru cu bandă albă, se spală cu 1 000 ml apă distilată încălzită la temperatura de 75°C timp de 10 minute.



Scanned with OKEN Scanner

În timpul spălării nu se aplică vidul. Se spală apoi din nou firele cu apă distilată și se usucă în etuvă cu vid la 75°C, pînă la masă constantă.

$$\text{avivaj} = \frac{m_1}{m_2} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa firelor rămase după spălare, în g;

$m_2$ — masa firelor luate pentru analiză, în g.

*Determinarea cantitativă a avivajului antistatic*

Metodele de determinare a substanțelor antistatizante sînt condiționate de natura lor, în funcție de solubilitatea în solvenți. În cazul folosirii avivajului antistatic pe bază de alcool gras sulfonat și oleat de sodiu, se extrag cu apă substanțele de antistatizare și se titrează oleatul de sodiu dizolvat în extract cu acid clorhidric n/20.

**Tehnica de lucru.** 15—20 g fibră cîntărită cu precizie de 0,0001 g se introduc într-o pîlnie de separare, se adaugă 250 ml apă distilată încălzită la 50°C și se agită timp de 15 minute; 100 ml din soluția extrasă se trece într-un Erlenmayer de 300 ml și se titrează cu acid clorhidric 0,05 *n* utilizînd ca indicator metiloranjul. În paralel se titrează o probă martor.

$$\text{oleat de sodiu } (A) = \frac{(M-N) \cdot 0{,}0152 \cdot 2{,}5}{G} \cdot 100 \quad [\%],$$

în care:

$M$ este volumul de acid clorhidric 0,05 *n* utilizat la titrarea probei de analizat, în ml;

$N$ — volumul de acid clorhidric 0,05 *n* utilizat la titrarea probei martor, în ml;

$G$ — masa fibrelor luate pentru analiză, în g;

$A$ — oleat de sodiu, [%].

Conținutul total de produs antistatic $= A\% \times 3$, în care 3 este raportul dintre concentrația totală de produs antistatic și oleatul de sodiu.

*Determinarea cantitativă a substanțelor de avivare la fibrele poliacrilnitrilice*

Metoda constă în extracția produselor de avivare la aparatul Soxhlet cu apă distilată, evaporarea apei și cîntărirea reziduului absolut uscat.

**Tehnica de lucru.** În cartușul aparatului de extracție, tarat în prealabil, se cîntăresc la balanța analitică 5—6 g fibră absolut uscată. În balonul aparatului Soxhlet se introduc 100 —200 $cm^3$ solvent de extracție, corespunzător firului analizat. Se montează aparatul și se încălzește la fierbere. Timpul de extracție este de 2 ore, (minimum 10 sifonări). După terminarea extracției se oprește încălzirea, lăsînd aparatul să se răcească. Refrigerentul se spală cu apă distilată pe la partea superioară. Lichidul de extracție din balonul aparatului Soxhlet se aduce cantitativ într-un balon cotat de 250 $cm^3$ completîndu-se la semn cu apă distilată. Din balonul cotat se iau cu pipeta 50 $cm^3$ lichid și se introduc într-o capsulă de porțelan tarată în prealabil, se evaporă la sec. După răcire în exicator se cîntărește la balanța analitică. Se repetă operația de uscare, răcire și cîntărire pînă la masă constantă.

Conținutul de substanțe de avivare, se calculează cu formula:

$$\text{substanțe de avivare} = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100 \ [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa reziduului rămas după evaporarea solventului, în g;

$m$ — masa probei uscate luată pentru determinare, în g;

$V_1$ — volumul la care a fost adusă soluția obținută la extracție, în $cm^3$;

$V_2$ — volumul soluției luate pentru evaporare, în $cm^3$.

*Aparatură:* aparat de extracție Soxhlet.

*Determinarea cantitativă a substanțelor de avivare la fibrele poliesterice texturate*

Metoda de analiză constă în extracția substanțelor de avivare în amestec 7 : 3 clorură de metilen volum și eter etilic în aparatul de extracție I.C.I., evaporarea solventului și determinarea masei reziduului absolut uscat.

**Tehnica de lucru.** 15—20 g fibră de analizat cîntărită cu precizie de $\pm 0{,}0001$ g se introduce uniform în tubul aparatului de extracție I.C.I., astfel încît să se evite formarea canalelor între peretele aparatului și fibră. Materialul fibros se presează fin în aparatul de extracție. Se închide robinetul, instalația se montează vertical. Se adaugă 150 ml solvent pe la partea superioară, astfel încît să permită solventului să străbată în timp materialul. Balonul de extracție care a fost uscat pînă la masă constantă la temperatura de 150°C și cîntărit, se așază sub aparat pentru colectarea solventului. Se reglează aparatul astfel cu ajutorul clemei, încît



Scanned with OKEN Scanner

solventul să curgă în picături rare. Dacă nu mai curge solventul din materialul fibros, după aproximativ 20 minute robinetul se închide. Se scoate proba și se spală cu încă 50 ml de solvent care se colectează tot în balonul de extracție. Balonul se adaptează la instalația de recuperare a solventului (cea clasică de la Soxhlet) și se recuperează solventul rămînînd cîțiva ml în balon. Balonul cu reziduu se usucă la temperatura de 105°C pînă la masă constantă.

Conținutul de substanțe de avivare se calculează cu relația:

$$\text{substanțe de avivare} = \frac{M_1}{M} \cdot 100 \ [\%],$$

în care:

$M_1$ este masa reziduului absolut uscat, în g;

$M$ — masa materialului fibros absolut uscat, în g.

*Aparatură:* aparat de extracție I.C.I., conform figurii 25.

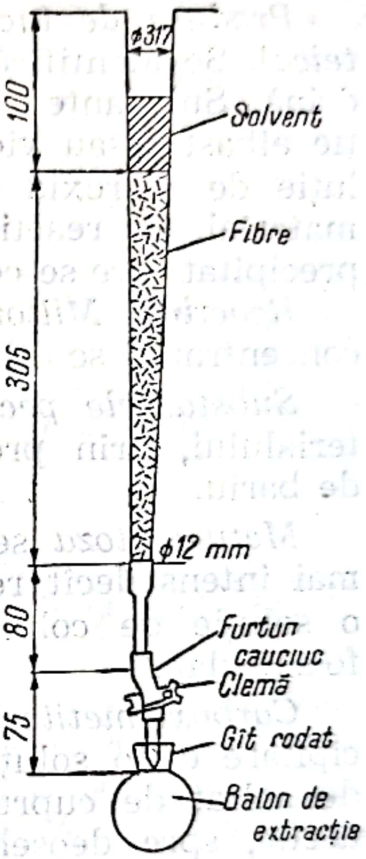



Fig. 25. Aparat extracție I.C.I.

## 1.7. Determinarea produselor de încleiere

Încleierea este operația pregătitoare a firelor de urzeală, în urma căreia firele rezistă mai bine solicitărilor permanente de întindere și frecare la care sînt supuse în timpul țeserii. Sînt supuse încleierii firele de urzeală din bumbac, celofibră, fibre liberiene din lînă cardată și pieptănată, precum și fibrele continue de viscoză, cupro, acetat, azlon și uneori se încleiază și fibrele din polimeri sintetici.

Pentru încleiere se utilizează: amidon, ulei de in sicativ, substanțe proteice, cleiuri, gelatină, substanțe pectice, gume naturale, derivații celulozici, carboxi-metilceluloza, metilceluloza, ester de celuloză și produse sintetice ca alcooli polivinilici, vinacetat, alcool polimetacrilic, polimeri etilenici etc.

**Identificare.** Prin introducerea firelor încleiate cu amidon în soluție de iod — iodură de potasiu, amidonul se colorează în albastru, iar amidonul degradat sau dextrinele dau o coloratie violetă, pînă la brun.

*Soluția de iod:* se dizolvă 2 g iod în 20 ml apă, în care s-au dizolvat în prealabil 4 g iodură de potasiu; după dizolvarea completă a iodului, soluția se completează cu apă la 100 ml.

*Uleiul de in* pe fire poate fi identificat cu ajutorul unei soluții apoase de sulfură de sodiu 10%, care colorează materialul textil, brun. De asemenea, coloranții liposolubili, colorează intens uleiul de in.

*Produse de încleiere pe bază de clei, gelatină (substanțe proteice).* Se identifică cu reactivul Millon, reacție biuret și cu ninhidrină. Substanțele proteice, în cazul reacției biuret, dau o colorație albastră sau violetă cu o soluție de sulfat de cupru 10% și soluție de hidroxid de sodiu 10%, atît în extractul apos cît și pe material. Cu reactivul Millon, extractul apos al materialului dă un precipitat care se colorează în roz la încălzire.

*Reactivul Millon:* 13,6 g mercur se dizolvă în 9 ml acid azotic concentrat și se diluează cu 10 ml apă distilată.

*Substanțele pectice* pot fi identificate în extractul apos al materialului, prin precipitatul gălbui care se formează cu hidroxid de bariu.

*Metilceluloza* se identifică cu coloranți direcți, ea vopsindu-se mai intens decît restul materialului. La microscop se identifică cu o soluție de colorant direct. Carboxi-metilceluloza, se colorează foarte slab.

*Carboxi-metilceluloza* se identifică în extractul apos prin precipitare cu o soluție de agenți cationi activi 2% sau cu o soluție de sulfat de cupru 10%. Precipitatul format este solubil în acid acetic, spre deosebire de poliacrilați și polimetacrilați, care formează cu sulfat de cupru precipitate insolubile în acid acetic.

*Alcoolul polivinilic* se identifică astfel: se lasă o picătură de acid cromic 20% pe firele încleiate și imediat se adaugă 3 picături de hidroxid de sodiu 30%; se întinde uniform cu o baghetă pentru neutralizarea acidului cromic. În prezența alcoolului polivinilic se obține o pată colorată maro. În cazul cînd cantitatea de alcool polivinilic este mică, apare numai conturul petei, ca o dungă subțire maro.

Extractul apos al firelor încleiate (raport de flotă 1 : 20) cu o soluție de acid tanic 5% dă un precipitat alb, tulbure, care privit prin transparență, este galben-roșcat. Uneori precipitatul este maro (cînd cantitățile de alcool polivinilic sînt mari).

*Poliacetatul de vinil* de pe fibre se identifică prin extracție în alcool etilic. La început, fibrele se umflă și dacă sînt lăsate cîteva ore, se solubilizează. La diluarea alcoolului cu apă se obține un



Scanned with OKEN Scanner

precipitat care este cu atît mai abundent cu cît încărcarea firelor este mai mare.

*Polimetacrilații* se identifică prin precipitarea cu acid clorhidric 10% sau cu sulfat de cupru, în extractul apos al materialului textil. Polimetacrilații sînt solubili în acetonă și dioxan. În extractul apos se mai pot identifica în felul următor. la 3 ml extract apos răcit, se adaugă succesiv 2 picături de acid clorhidric concentrat, 5 picături azotat de lantan 5%, 20 picături soluție de iod și 10 picături amoniac concentrat; se agită bine, se obține un precipitat roșu-maro, care tinde să se decoloreze în timp, cu aspect gelatinos sau de fulgi; dacă firele nu conțin polimetacrilați, se obține cel mult un precipitat galben-pal.

Pentru identificarea glicerinei se adaugă 10 ml extract apos, 5 ml apă de brom și se menține pe baia de apă pînă ce soluția se decolorează și tot bromul se evaporă. La 0,2 ml soluție se adaugă 0,1 ml soluție alcoolică de rezorcină, 0,2 ml apă distilată și 2 ml acid sulfuric concentrat. Acest amestec se încălzește pe baia de apă 10 minute. În prezența glicerinei apare o colorație roșu-închis.

*Procedeu sistematic de identificare a produselor de încleiere, conform metodei Köhler*

Se face extracția materialului fibros cu eter de petrol la Soxhlet și se distilă eterul. Un eventual reziduu indică prezența grăsimilor nesaponificate, a acizilor grași și a uleiurilor. Cu mostra liberă de grăsime se continuă extracția în apă distilată la temperatura de 50—60°C și pentru îndepărtarea eventualelor resturi de fibre se filtrează extractul. Se agită o porțiune din filtrat; în cazul prezenței săpunului sau a altor detergenți se formează spumă. Se adaugă cîteva picături de acid clorhidric concentrat pînă la reacția acidă, se fierbe, se răcește și se extrage stratul de acizi grași, separați cu eter într-o pîlnie de separare. Se evaporă eterul și prezența unui reziduu, indică de asemenea existența săpunului.

Extractul acid obținut prin extracție cu eter etilic, se neutralizează cu amoniac, se evaporă pînă la cîțiva ml și se examinează în ordinea care urmează.

Hidrocarburi, substanțe proteice și derivații lor: o porțiune alicotă din soluție se amestecă cu 3 părți acid sulfuric concentrat și după răcire se adaugă cîteva picături de soluție alcoolică α-naftol 5%; în prezența hidrocarburilor sau substanțelor proteice se colorează în roșu-violaceu.

Eteri celulozici cu grupe carboxilice: la o porțiune alicotă a filtratului, se adaugă în picături orange *G*, respectiv soluție Pollarot; în prezența grupelor carboxilice, apare o tulbureală puternică; datorită conținutului de grupe carboxilice, precipită și substanțele proteice, pectinele și poliacrilații.

Substanțele precipitabile cu săruri metalice (etercelulozice, cu grupe carboxilice, pectine și poliacrilați): la o porțiune a filtratului se adaugă în picături, sulfat de cupru 7%, pînă la colorare vizibilă și se încălzește. Apar floculări.

*Amidon:* la o porțiune alicotă a filtratului, se adaugă o parte soluție iod-iodură de potasiu; amidonul se colorează în albastru (la concentrație mare și polivinilalcool).

*Albumina:* cu ajutorul reacției biuret, la o porțiune alicotă a soluției, se adaugă 2—3 picături sulfat de cupru (care conține 1,05% cupru) și se adaugă hidroxid de sodiu 23,5%; albumina se colorează în violet.

*Pectina:* la o porțiune din soluție se adaugă apă de barită saturată și se încălzește. Pectinele se recunosc prin floculări abundente (la fel și poliacrilații).

*Produse de polimerizare:* la o porțiune alicotă a soluției se adaugă în picături, soluție de Reppellat sau Zephirol, care în prezența poliacrilaților produce o puternică tulburare.

*Determinarea cantitativă a grăsimilor și uleiurilor*

Se usucă 10—15 g fire la 75°C, în etuvă cu vid, pînă la masă constantă și simultan se condiționează balonul pentru extracție; materialul se introduce într-un patron de sticlă și se supune extracției în aparat Soxhlet pînă ce stratul superior de lichid din extractor rămîne limpede; se distilă solventul, iar balonul conținînd grăsimea extrasă se usucă la temperatura de 75°C pînă la masă constantă.

$$\text{ulei (grăsime)} = \frac{m_1}{m_2} \cdot 100 \ [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa reziduului din balon, în g;

$m_2$ — masa firelor luate pentru analiză, în g.

*Determinarea cantitativă a săpunului:* se obține prin extracția materialului fibros, degresat cu alcool etilic, în aparatul Soxhlet.

*Determinarea cantitativă a produselor de încleiere pe bază de ulei vegetal:* se cîntăresc 10 g fire încleiate, cu precizie de



Scanned with OKEN Scanner

$\pm$0,0001 g, se fierb 5 minute cu soluție de hidroxid de sodiu 4%, la un raport de flotă 1 : 40 și se filtrează pe un creuzet filtrant 2 $G_2$ adus în prealabil la masă constantă.

$$\text{ulei vegetal} = \frac{m_1}{m_2} \cdot 100 \ [\%],$$

în care:

$m_1$ este masa reziduului din creuzet, în g;

$m_2$ — masa firelor luate pentru analiză, în g.

*Determinarea conținutului total de produse de încleiere pe bază de amidon, gume și produse de umplutură.* Produsul de încleiere folosit pentru firele textile filate constă în principal dintr-un adeziv și un produs de lubrefiere; poate exista și un produs antiseptic, iar uneori pot fi incluse materiale de umplutură și higroscopice. Adezivul poate fi amidon sau amidon solubil, dar pot fi folosiți și alți hidrați de carbon care de obicei se utilizează în amestec cu amidon. Pelicula de amidon formată pe firul textil nu se dizolvă rapid în apă, dar ele sînt atacate și solubilizate de enzimele diastatice, derivate din malț, extras de pancreas, sau anumite preparate pe bază de bacterii. Aceste enzime se prepară anevoios în cadrul laboratorului, dar pe cale industrială există preparate eficiente din fiecare tip.

**Tehnica de lucru.** Se cîntăresc la balanța analitică 2 g material textil absolut uscat. Se introduce proba într-un aparat Soxhlet și se extrage cu diclormetan timp de o oră la o viteză minimă de sifonare de 6 cicluri/oră. Materialul extras se spală în continuare pe o pîlnie Büchner cu 100 ml apă distilată. Se aspiră la trompă. Se transferă materialul textil într-un flacon conic cu dop rodat și se adaugă 50 ml soluție enzimatică la temperatura de 70°C și se menține la această temperatură timp de 30 minute. Se agită vasul cu soluția din 5 în 5 minute. Se decantează soluția printr-un creuzet filtrant $G_1$. Se adaugă 50 ml de soluție enzimatică la temperatura de 70°C și se repetă determinarea. Se verifică ca temperatura să nu depășească 70°C sau temperatura limită specificată de producător pentru produsul enzimatic folosit. Se decantează din nou soluția și se tratează în continuare materialul textil cu 50 ml apă distilată și se fierbe timp de 5 minute. Se transferă materialul fibros descleiat pe un creuzet tarat, se spală cu 3 porțiuni succesive de 200 ml apă distilată fierbinte, agitînd conținutul cu o baghetă. Se aspiră la trompă după fiecare spălare. Dacă apele de spălare sînt opalescente din cauza conținutului de substanțe minerale, se continuă spălarea pînă la obținerea unor soluții limpezi. Se

usucă creuzetul filtrant $G_1$ cu materialul textil la temperatura de (105±3)°C și se determină masa probei analizate descleiate.

În cazul cînd proba de analizat conține produse minerale de umplutură insolubile, (d.e. caolin), epruveta descleiată se introduce într-un creuzet de porțelan tarat și se calcinează la temperatura de 700°C. După calcinarea materialului fibros se răcește creuzetul în exicator, timp de 30 minute și se cîntărește la balanță analitică cu precizie de ±0,0001 g. Se repetă răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

Se corectează masa epruvetei descleiate, scăzînd masa cenușii. Conținutul total al produsului de încleiere absolut uscat este dat de relația:

$$\text{produs total de încleiere} = \frac{100\,(M - KR)}{FR}\ [\%],$$

în care:

$M$ este masa absolut uscată a probei încleiate, în g;

$R$ — masa absolut uscată a probei descleiate, corectată cînd este necesar prin scăderea masei produsului mineral de umplutură obținut prin calcinare, în g;

$K$ — factor pentru transformarea masei materialului textil descleiat absolut uscat în masa uscată a materialului textil, după adaosul produsului de încleiere; dacă există o probă martor neîncleiată, valoarea lui $K$ va fi determinată utilizînd metoda pentru descleierea probei testate conform relației:

$$K = \frac{\text{masa absolut uscată a probei martor neîncleiate}}{\text{masa absolut uscată a probei martor tratată}}$$

Astfel $R$ poate avea următoarele valori:

— 1,04 pentru bumbacul crud;

— 1,02 pentru viscoză filamentară nealbită;

— 1,00 pentru bumbacul spălat.

Pentru amestecurile de fibre și țesăturile din amestecuri de fibre care conțin un prim component, pentru care factorul este $R_1$ și un al doilea component, pentru care factorul este $R_2$, factorul $R_m$ pentru amestec de fibre este dat de relația:

$$R_m = PR_1 + (1 - P)R_2,$$

în care:

$P$ este proporția fracționată a primului component în cadrul amestecului;

*Aparatură:* cuptor de calcinare; creuzete filtrante $G_1$.

*Reactivi:* clorură de metilen; soluție enzimatică de diastază bacterială activă 0,5% preparată conform instrucțiunilor producătorului și care conține un adaos de 0,1% agent neionic de umezire.

*Determinarea cantitativă a produselor de încleiere pe bază de gelatină și ulei*

Firele de urzeală din viscoză filamentară continuă și acetat de celuloză sînt încleiate în mod obișnuit cu o soluție de gelatină în care a fost emulsionat un ulei nevolatil. Conținutul produselor de încleiere a unui fir încleiat sau țesătură încleiată se determină prin pierderea de masă în urma îndepărtării produsului de încleiere. Întrucît firul neîncleiat pierde aproximativ 1% din masa sa în cadrul procesului de descleiere, este necesar ca masa firului descleiat să fie corectat cu această pierdere de masă.

Metoda constă în extracția materialului fibros cu eter de petrol. Gelatina se îndepărtează prin hidroliză într-o soluție enzimatică, iar pierderea de masă se determină după spălarea și uscarea epruvetei.

**Tehnica de lucru.** 2 g de material textil absolut uscat și cîntărit la balanța analitică cu o precizie de $\pm 0{,}0001$ g se introduce într-un aparat Soxhlet și se extrage cu eter de petrol timp de o oră cu o viteză de sifonare minimă 10 cicluri/oră. Se distilă eterul iar materialul textil se transferă pe o pîlnie Büchner și se spală proba extrasă cu 100 ml apă distilată. În timpul spălării nu se aplică vidul. Proba se trece apoi într-un pahar Berzelius care conține soluție enzimatică proteolitică la temperatura de 50°C. Soluția trebuie să acopere epruveta. Se agită soluția la intervale de 5 minute timp de o oră. Se decantează soluția pe un creuzet filtrant $G_1$, tarat. Se spală proba de 3 ori cu cantități succesive de apă fierbinte; se decantează soluția pe creuzetul filtrant. După fiecare spălare se aspiră la trompă. Îndepărtarea gelatinei se verifică cu reactivul Millon. Dacă nu mai rămîne gelatină se continuă spălarea cu apă distilată fierbinte. Dacă mai există urme de gelatină, se repetă tratamentul cu enzime, pînă cînd proba cu reactivul Millon este negativă. Se usucă creuzetul cu proba descleiată la temperatura de $(105 \pm 3)$°C pînă la masă constantă și se determină masa materialului textil descleiat.

Conținutul total de produs de încleiere se calculează cu relația:

$$\text{Produs total de încleiere} = \frac{100\,(M_1 - M_2)}{KM_2}\ [\%],$$

în care:

$M$ este masa absolut uscată a probei încleiate, în g;

$M_2$ — masa absolut uscată a probei descleiate, în g;

$K$ — factor de corecție, care este 1,01.

Dacă există o probă martor neîncleiată, valoarea lui $K$ va fi determinată cu relația:

$$K = \frac{\text{masa uscată a probei martor neîncleiată}}{\text{masa uscată a probei martor după tratare}}$$

*Aparatură:* creuzete filtrante $1G_2$; aparat Soxhlet.

*Reactivi:* eter de petrol cu interval de distilare 40—60°C; reactiv Millon (2 g de mercur se dizolvă în 2 ml acid azotic concentrat la temperatura camerei; se adaugă 2 ml apă distilată; dacă apare o tulbureală gălbuie se agită și se adaugă cîteva picături de acid azotic pînă cînd soluția se limpezește); soluție enzimatică proteolitică pH 6—7, proaspăt preparată care conține 0,5% preparat activ.

*Determinarea cantitativă a produselor de încleiere pe bază de gelatină și ulei* se mai poate face și prin metoda: 3 probe, de 5—10 g material fibros, se usucă la temperatura de 75°C, în etuvă cu vid pînă la masă constantă, se introduc în pahare Berzelius cu apă distilată, la un raport de flotă 1 : 40 și se menține timp de o oră, agitînd continuu; se trec într-o soluție de săpun 0,5% și se mențin la temperatura de 40°C, la același raport de flotă timp de 30 minute; se ridică apoi temperatura la 90—95°C, și se lasă probele la această temperatură timp de o oră; se spală probele cu 1 000 ml apă distilată la 70°C, cu 500 ml apă slab alcalinizată cu amoniac rece și apoi 1 000 ml apă distilată rece; se usucă probele la temperatura de 75°C pînă la masă constantă, iar pierderea obținută raportată la sută reprezintă conținutul de ulei și gelatină; este recomandabil să se trateze în aceleași condiții și o probă martor, netratată cu gelatină și ulei.

*Determinarea cantitativă a amidonului*

Se cîntăresc 5—10 g material fibros, absolut uscat, tăiat în bucăți de 0,5 mm, se introduc într-un vas conic de 400 ml, se umezesc cu 200 ml apă distilată, se adaugă 10 ml acid sulfuric 0,4 $n$ și se introduce vasul prevăzut cu refrigerent cu aer, în baia de apă, unde fierbe activ timp de 30 minute, agitînd în primele 10 minute; se fixează vasul într-un stativ astfel ca nivelul apei din baie să fie peste cel al conținutului din balon, se răcește prin imersare în apă rece și agitare ușoară, se filtrează soluția prin hîrtie de filtru cu bandă albă, într-un balon cotat de 500 ml și se aduce cu



Scanned with OKEN Scanner

apă distilată la semn; se iau 25 ml filtrat, se introduc într-un vas conic de 250 ml, se adaugă 10 ml bicromat de potasiu 0,5 *n* și 5 ml acid sulfuric concentrat, după care se fierbe cu refrigerent cu reflux timp de o oră; se efectuează în același timp o probă martor; după răcire se diluează conținutul fiecărui vas la cca 100 ml și se titrează cu sulfat feros de amoniu 0,1 *n*; se adaugă indicator, în apropiere de punctul final și se titrează pînă ce culoarea purpurie se schimbă imediat în culoarea verde a sării de crom. Pentru fiecare titrare, se folosesc 6—8 picături de indicator; 1 ml soluție bicromat de potasiu 0,1 *n* corespunde la 0,000696 g amidon.

*Reactivi:* bicromat de potasiu 0,5 *n* (24,5 g bicromat de potasiu și 300 ml acid sulfuric concentrat, se aduc la balon cotat de 1 000 ml cu apă distilată); sulfat de fier și amoniu 0,1 *n* (39,5 g sulfat de fier și amoniu și 20 ml acid sulfuric concentrat se aduc la balon cotat de 1 000 ml cu apă distilată); bicromat de potasiu 0,1 *n* pentru titrarea sulfatului de fier și amoniu (4,903 g bicromat de potasiu și 200 ml acid sulfuric concentrat, se aduc la balon cotat de 1 000 ml cu apă distilată); indicator de acid fenilantranilic (se dizolvă 0,13 g carbonat de sodiu într-o mică cantitate de apă distilată caldă; în această soluție se adaugă 0,266 g acid fenilantranilic și apoi se diluează cu 250 ml apă distilată); acid sulfuric 0,4 *n*.

### 1.8. Determinarea produselor de apretare

Apretarea țesăturilor a devenit atît de complexă în ultimul timp, încît identificarea și determinarea cantitativă a compoziției apretului necesită multă experiență.

**Identificare.** Pentru identificarea componentelor unui apret, se tratează cca 1 g material textil cu 50 ml tetraclorură de carbon, timp de 5 minute la fierbere. Dacă se constată un reziduu la evaporarea solventului, el poate fi constituit din uleiuri, ceruri, rășini polistirenice, acetat de vinil, etil celuloză, sau stearamidă, care se identifică astfel: reziduul lichid arată prezența uleiului; reziduul solid, dacă prin tratare cu acetonă la fierbere nu se dizolvă, dovedește prezența rășinii stearice; reziduul fiind solubil în condițiile precedente, se evaporă soluția obținută și într-o porțiune se adaugă 3 ml hidroxid de potasiu 10%, se fierbe cîteva minute, se filtrează, se acidulează cu acid clorhidric, se aduce la fierbere și se răcește. Dacă se constată o tulbureală sau un precipitat, înseamnă că reziduul conține stearamidă; se tratează o parte a reziduului cu



Scanned with OKEN Scanner

eter de petrol; dacă se dizolvă este ceară, dacă nu se dizolvă poate fi rășină poliacetat de vinil sau etilceluloză, ce se pot diferenția adăugînd eter de petrol, cîteva picături de acid clorhidric concentrat și 1 ml apă, fierbînd timp de 10 minute, filtrînd (dacă este necesar), adăugînd cîteva picături dintr-o soluție 5% azotat de lantan și o picătură dintr-o soluție apoasă de iod 0,2% și alcalinizînd cu cîteva picături de amoniac; o coloratie brună sau albastră indică prezența poliacetatului de vinil (etilceluloza nu dă această coloratie).

Printr-un alt procedeu de identificare, proba uscată la aer și apoi în etuvă, pregătită conform metodologiei cu tetraclorură de carbon, se tratează apoi la fierbere cu 50 ml alcool etilic 95% și se repetă această operație; extractele alcoolice pot conține: uleiuri sulfatate, alcooli sulfatați, produse cationice, fenoli, crezoli, glicerină sau glicoli, care se pot caracteriza astfel: se introduc într-o eprubetă cîțiva ml de soluție alcoolică și volum egal de acid clorhidric concentrat; se dublează volumul total, adăugînd apă distilată; în altă eprubetă se introduc cîțiva ml de soluție alcoolică și un volum egal de hidroxid de potasiu 10%; se dublează volumul total cu apă distilată; dacă soluția acidă este mai tulbure decît soluția alcalină, apare posibilitatea existenței (în apret) a săpunului, uleiului sau alcoolului sulfatat; cînd soluția alcalină este tulbure ca cea acidă, sînt prezente produsele cationactive; se aduce apoi soluția acidă la fierbere, se filtrează, se răcește și se adaugă cîteva picături de clorură de bariu 10%; în prezența săpunului nu precipită; se evaporă la sec extractul alcoolic; se dizolvă reziduul în apă la fierbere, se filtrează și se răcește. La o porțiune de soluție se adaugă clorură de bariu; dacă se observă un precipitat, sînt prezenți alcooli sulfatați; la o porțiune se adaugă puțin sulfat acid de potasiu, se evaporă la sec și se calcinează reziduul; un miros de acroleină indică prezența glicerinei, iar mirosul de acetaldehidă arată prezența glicolului.

Printr-o altă metodă de identificare, proba care a fost supusă extracției este tratată cu 50 ml apă distilată la fierbere. Din apa distilată se pot extrage următoarele produse: amidon, dextrină, zaharuri, gume, metilceluloză, proteine solubile, sulfamat de amoniu. Dacă soluția nu este limpede se filtrează; reziduul este probabil o încărcare minerală, care poate fi identificată (silice).

Soluția apoasă se tratează astfel:

— se adaugă o soluție iod-iodură de potasiu în prezența amidonului; se colorează în albastru, roșu sau purpuriu, în prezența dextrinei;



Scanned with OKEN Scanner

— prin adăugarea unor picături de acetat bazic de plumb, după 10 minute prezintă o tulbureală sau un precipitat în cazul gumelor sau a substanțelor proteice;

— soluția Fehling este redusă la fierbere în cazul glucozei sau numai după adăugarea de acid clorhidric diluat, în cazul zaharozei;

— la 5 ml soluție apoasă se adaugă o picătură de acid sulfuric concentrat și o picătură de formaldehidă 3%, se trece soluția astfel obținută într-o eprubetă care conține 2 ml acid sulfuric concentrat și o picătură clorură ferică 10%; se observă un disc violet în cazul cazeinei;

— dacă soluția apoasă degajă vapori amoniacali sub acțiunea hidroxidului de potasiu la fierbere și dă un precipitat alb, cînd i se adaugă un volum egal de clorură mercurică 5%, este prezent apretul ignifug (poate fi identificat și prin prezența sulfului);

— se examinează reziduul la evaporarea soluției apoase și dacă încercările de mai sus sînt relative, sînt prezente probabil metilceluloza sau gelatina.

Printr-o altă metodă de identificare, proba care a fost supusă tratamentelor precedente, se împarte în două: una este păstrată pentru încercări de extracție, iar alta pentru a se efectua identificările. Se adaugă 50 ml dintr-o soluție 1% acid clorhidric, se trece apoi într-un aparat de distilare cu refrigerent descendent, se aduce la fierbere, se menține 5 minute și se culege distilatul într-o eprubetă. Dacă extractul acid care rămîne în aparatul de distilat este colorat, se tratează cu cărbune activ și se filtrează (numai coloranții sînt absorbiți).

Se tratează distilatul cu o soluție proaspătă de carbazol în acid clorhidric concentrat (5 mg în 5 ml acid). Se observă imediat un disc albastru sau albastru-verzui în zona de separare, în prezența formolului în apreturi. Reacția este foarte sensibilă și poate fi controlată cu o probă martor cu apă distilată.

La 5 ml extract acid rezidual, se adaugă 1 ml dintr-o soluție 5% molibdat de amoniu; substanțele proteice (clei, proteine și rășini melaminice) dau o tulbureală albă, care poate ajunge pînă la un precipitat floconos.

Dacă reacția precedentă este pozitivă, se adaugă la 5 ml extract acid, o soluție de 1% acid picric; rășinile melaminice dau o tulbureală sau un precipitat cristalin caracteristic, în timp ce substanțele proteice nu dau tulbureală decît în concentrații foarte mari.

Încercarea precedentă poate fi completată, adăugînd la 5 ml extract acid, 1 ml fericianură de potasiu 5%. Rășinile melaminice



Scanned with OKEN Scanner

dau o tulbureală, apoi un precipitat. Substanțele proteice și rășinile pe bază de uree, nu reacționează.

Prezența ureei sau tioureei poate fi caracterizată astfel: la 10 ml extract acid se adaugă 1 ml acid clorhidric concentrat și 0,1 ml soluție nitrit de sodiu 0,1 *n*. Se urmărește reacția din 5 în 5 minute, timp de 30 minute, cu hîrtie iod-amidonată. Dacă nitritul este complet distrus după 30 minute, se poate indica cu certitudine prezența ureei. În cazul rășinilor melaminice, coloratia albastră persistă.

Dacă reacția precedentă este pozitivă se caută în continuare tioureea astfel: la 5 ml extract acid, se adaugă 1 ml dintr-o soluție de sulfat de cupru 10%; după cîtva timp de repaus, se constată prezența tioureii printr-o tulbureală sau printr-un precipitat verde-deschis (cuprotioureea).

O parte din mostra rezervată de la începutul analizei, prin această metodă de identificare, se tratează de 2 ori la fierbere cu 50 ml dioxan. Acest solvent poate pune în evidență următoarele substanțe: rășini acrilice, rășini formol-fenolice, rășini alchilice, policlorură de vinil, poliacetat de vinil, azotat de celuloză. Pentru precizare, se tratează mai întîi cu toluen la fierbere; numai rășina acrilică este solubilă.

Se încălzește o parte a reziduului extractului toluenic cu 5 ml apă și o picătură de acid sulfuric diluat; după răcire, se adaugă cîteva picături de soluție de carbazol și 2—3 ml acid sulfuric concentrat. O coloratie albastră indică prezența rășinii formol-fenolice. Se dizolvă o altă porțiune a reziduului extractului toluenic în acid acetic concentrat, încălzind dacă este necesar; trec în soluție rășinile alchilice, azotatul de celuloză și acetatul de celuloză; rămîn insolubile clorura de vinil perclorurată și acetatul de vinil. Se evaporă soluția acetică astfel obținută și se împart reziduurile de la evaporare în 3 părți.

La prima se adaugă același volum de fenol cristalizat și o picătură de acid sulfuric concentrat și se încălzește pînă la coloratie brună; după răcire se diluează și se alcalinizează cu hidroxid de potasiu 10%; o coloratie roșie indică prezența rășinii alchilice. La a doua porțiune se adaugă o picătură de reactiv de difenilamină (1 g la 10 g acid sulfuric concentrat); o coloratie albastră indică prezența azotatului de celuloză. Pe ultima porțiune se încearcă metoda cu azotat de lantan; o coloratie brună sau albastră indică prezența acetatului de celuloză.

Reziduul extractului acetic se dizolvă în piridină sau tetracloretan prin încălzire, dacă este necesar. Acetatul de vinil clorurat se dizolvă, în timp ce policlorura de vinil simplă rămîne insolubilă.



Scanned with OKEN Scanner

Apretul pe bază de trimetilamină se identifică astfel: se supune 1 g țesătură mărunțită, extracției cu 50 ml soluție de carbonat de sodiu 10% și se încălzește pe baia de apă la 50°C timp de 20—30 minute. Prezența trimetilaminei se identifică prin mirosul de pește.

### 1.8.1. Identificarea Eluan neu, Eluan NK și NKF, Mittin FF și FFW, apreturi speciale împotriva moliilor la țesăturile de lînă

*Eluan neu.* Circa 1 g material fibros este supus extracției cu 150 ml hidroxid de sodiu 0,1 *n* și se menține la temperatura camerei 15 minute. Se filtrează printr-un creuzet filtrant 2 $G_2$. Reziduul de pe filtru se spală cu 100 ml apă distilată, se acidulează filtratul cu acid acetic, se concentrează prin fierbere, pînă la un volum total de 40 ml, se răcește, se adaugă 50 ml apă distilată și se tratează cu cîteva picături de clorură ferică 10%. În prezența produsului Eulan neu, acetatul de amil se colorează în albastru.

*Eulan NK și NKF.* Circa 2 g material fibros se fierbe cu 150 ml acid clorhidric 2%, se filtrează repede și după răcire se tratează cu apă de brom. Un precipitat portocaliu indică prezența Eulanului *NK* sau *NKF;* coloranții extrași nu împiedică reacția, deoarece sînt distruși cu apa de brom.

*Mittin FF și FFW.* În cazul țesăturilor de lînă albă sau vopsită în culori deschise, se iau 2 probe: una servește la confruntare, iar cealaltă se introduce într-o soluție de hidroxid de sodiu 5% cu aceeași cantitate de apă distilată. Proba pentru confruntare se tratează cu amestec format din două părți soluție hidroxid de sodiu 5% și o parte de auramină Geigy 0,2 g/l. În timpul tratării, mostra se agită cu o baghetă de sticlă pentru a se ușura pătrunderea soluției în auramină. În prezența Mittinului, proba se va colora în galben-verzui, o coloratie diferită de a mostrei tratate numai cu soluție de NaOH diluat. Dacă există la dispoziție o lampă de radiații ultraviolete și filtru Wood, proba tratată cu Mittin și vopsită cu auramină va da o fluorescență verde-gălbuie intensă. În cazul țesăturilor de lînă vopsite în culori închise, se tratează o probă de cca 0,5 g cu 4 ml acid sulfuric concentrat 78%, timp de 15 minute pe baia de apă la fierbere, pînă la dizolvarea completă.

Soluția se trece într-o pîlnie de separare și după răcire se adaugă 25 ml eter etilic. Se agită timp de 3 minute, apoi se lasă în repaos. Se separă stratul de eter etilic, se spală de cîteva ori pentru neutralizare, și se evaporă într-o capsulă de porțelan pe baia de apă (este de dorit să nu rămînă resturi de acid în eter), reziduul din capsulă se dizolvă cu 5 ml hidroxid de sodiu 5% la cald.



Scanned with OKEN Scanner

Dacă soluția este colorată, se decolorează cu puțin hidrosulfit de sodiu, se răcește și se împarte în două porțiuni. La prima porțiune de soluție se adaugă 1 ml apă distilată și servește ca probă martor. La cea de a doua porțiune, se adaugă 1 ml soluție auramină Geigy 0,2 g/l.

În prezența produsului Mittin *FF* sau *FFW*, se obține o colorație galbenă care, în lumina ultravioletă dă o fluorescență intensă verde-gălbuie.

Eficiența apretului se măsoară pe cale biologică.

### 1.8.2. Identificarea apreturilor ignifuge

Analiza se reduce practic la determinarea compoziției chimice a cenușii țesăturii ignifugate. Acizii care trebuie căutați în cenușă sînt: acidul boric și acidul fosforic.

Pentru identificarea acidului boric se dizolvă cenușa materialului fibros în acid sulfuric concentrat, se adaugă 10 ml alcool etilic și se încălzește ușor. Se formează boratul de etil, care poate fi recunoscut aprinzînd vaporii de alcool. Culoarea flăcării este verde, caracteristică acidului boric.

Acidul fosforic se identifică prin metodele arătate la determinarea anionilor pe fibre.

### 1.8.3. Determinarea apreturilor hidrofobe și imputrescibile

Impermeabilitatea țesăturilor poate fi obținută prin întrebuințarea unor săruri metalice, ca: stearat de aluminiu, stearat de crom, stearat de bariu, sau prin folosirea unor substanțe ca: parafină, ceară, cauciuc, silicon. În primul caz, se pot identifica și doza substanțele de impermeabilizare prin calcinarea țesăturii și prin determinarea cantitativă a siliciului, cromului, aluminiului, prin metodele indicate la determinarea cationilor pe materiale textile.

În cazul utilizării substanțelor organice, acestea se pot determina prin extracție cu solvenți corespunzători, în aparatul Soxhlet și se poate stabili proporția acestora pe material. Parafina se extrage cu acetonă. Ceara și grăsimile se extrag cu eter de petrol. Cauciucul se extrage cu nitrobenzen la fierbere pe baie de ulei.

Imputrescibilizarea se realizează prin tratarea țesăturilor cu tanin și apoi într-o baie de săruri anorganice unde predomină sărurile de crom și cupru. Se formează tanații respectivi, care au proprietăți imputrescibile. În ultimul timp s-au perfecționat procedeele care utilizează naftenatul de cupru, dizolvat într-un solvent organic, sau pentaclorfenolul, substanțe cu proprietăți antiseptice.



Scanned with OKEN Scanner

Cianoetilarea cu nitrilacrilic prin blocarea grupelor hidroxilice ale celulozei a dat bune rezultate. Identificarea și determinarea apreturilor imputrescibile pe bază de săruri de cupru și crom se face calcinînd țesătura și determinînd în cenușă cuprul și cromul, după metodele indicate la cap. „cationi pe fibră".

În cazul țesăturilor de bumbac cianoetilate, imputrescibilizarea se determină prin dozarea azotatului legat prin metoda Kjeldhal. Ea se mai poate identifica prin vopsirea țesăturii cu amestec de coloranți albastru direct și celiton orange la temperatura de 90°C; dacă țesătura se colorează în orange, înseamnă că este cianoetilată.

Substanțele tanante libere se pot identifica supunînd extracției cca 10 g material fibros, în apă rece, timp de 2 ore și (preferabil) se lasă peste noapte. Din extractul obținut se efectuează probe calitative.

*Proba cu gelatină sărată.* La 5 ml extract se adaugă picătură cu picătură, soluție gelatină sărată; se produce o tulbureală în prezența taninului. Soluția de gelatină sărată se prepară astfel: 1 g gelatină și 10 g clorură de sodiu p.a. se dizolvă în 100 ml apă distilată; pH-ul soluției se ajustează la 4,7 (indicator roșu metil). E bine să se folosească o soluție proaspăt preparată.

Proba cu clorură ferică și acetat de sodiu, 5 ml extract se tratează cu soluție de clorură ferică și acetat de sodiu. În prezența taninului apare o coloratie brună-roșcată. Soluția de clorură ferică și acetat de sodiu se prepară astfel: 20 g clorură ferică se dizolvă în 200 ml apă, la care se adaugă 10 ml acid acetic 50% și 15 ml soluție de acetat de sodiu 10%.

*Determinarea cantitativă a apreturilor*

Pentru determinarea cantitativă a apreturilor pe țesătură, este necesar să se stabilească încărcarea cu apret a țesăturii în g/cm² sau pe m² și compoziția procentuală. Pentru determinarea compoziției procentuale a apretului se utilizează metodele de dozare indicate la capitolele anterioare (anioni, cationi, uleiuri, ceruri).

*Determinarea conținutului de apret pe bază de amidon.* Se folosește fie metoda de solubilizare a amidonului cu enzime, fie solubilizarea prin fierbere cu soluție de sodiu și acid clorhidric.

În cazul primei metode, 5—10 g probă de analizat se introduce într-o soluție de detergent de tip alcool lauric etoxilat 9% la un raport de floră 1 : 50, la temperatura de cca 70°C, unde se menține timp de 15 minute. După scoaterea din soluție epruveta se stoarce și se introduce în soluție de enzime amilolitice activate (d.e. amidosol) la care se adaugă soluție de detergent de timp al-



Scanned with OKEN Scanner

cool lauric etoxilat 9%, în care se menține la temperatură de 50—60°C pe baie de apă, timp de 4 ore. Epruveta se lasă în soluție în continuare 10—12 ore la temperatura camerei, după aceea se spală cu soluție de carbonat de sodiu la temperatura de 70°C timp de 30 minute. Se spală pînă la reacție neutră cu apă distilată la temperatura de 70°C și cu apă distilată la temperatura camerei. Proba se aspiră la trompă și se usucă în etuvă la temperatura de (105±3)°C pînă la masă constantă. Pentru verificarea dezapretării, proba sau ultima apă de spălare se tratează cu soluție de iod-iodură de potasiu care dă o coloratie albastru-violet în prezența apretului pe bază de amidon sau galbenă în lipsa apretului.

*Reactivi:* soluție de alcool lauric etoxilat 9% — 2 g/dm³ (soluție de enzime amilolitice active (Amidosol) 2 g/dm³, la care se adaugă 3 g alcool lauric etoxilat 9%); soluție de carbonat de sodiu 2 g/dm³ (soluție de 5 g iod și 10 g iodură de potasiu la 1 dm³ apă distilată).

În cazul metodei a doua, se iau 10—20 g material fibros cîntărit cu o precizie de 0,0001 g, care a fost în prealabil degresat la rece și uscat la masă constantă. Se îmbibă proba uscată cu apă și apoi se fierbe moderat într-o soluție de carbonat de sodiu 3%, timp de o oră, la un raport de floră 1 : 30. Se spală cu apă distilată și se fierbe timp de 30 minute. În continuare, se spală materialul fibros cu apă distilată și se usucă pînă la masă constantă.

Conținutul în apret se calculează fie raportat la materialul uscat, fie la materialul cu umiditatea admisă a produsului respectiv:

$$\text{apret} = \frac{G - G_1}{G} \cdot 100 - \frac{PG}{100} \, [\%],$$

în care:

$G$ este masa materialului uscat și apretat, în g;

$G_1$ — masa materialului uscat și dezapretat, în g;

$P$ — pierderea procentuală specifică pentru fiecare fibră.

Această pierdere variază astfel: bumbac crud (3,1%), bumbac albit (0,8%), in crud (4,2%), in albit (1,3%), cînepă crudă (5,6%) celofibră nedegresată (0,7%), celofibră degresată (0,3%), polinoză nedegresată (0,2%), polinoză degresată (0,1%).

Este recomandabil, pentru a calcula pierderea specifică a materialului, să se efectueze și o probă cu țesătură neapretată.

*Determinarea apretului permanent.* Pentru determinarea conținutului de rășini pe materiale fibroase, se aplică 2 metode.

Prin metoda I, 10—20 g material fibros, uscat în exicator, cu pentoxid de fosfor pînă la masă constantă se introduc într-un balon de 250 ml cu acid clorhidric 0,02 *n* (0,73 g/l acid clorhidric).



Scanned with OKEN Scanner

Se adapteză un refrigerent ascendent şi se menţine în 1 000 ml apă distilată la temperatura de 60—70°C, timp de 30 minute. Se spală ţesătura cu apă distilată caldă, se usucă la aer şi apoi peste pentoxid de fosfor. Se cîntăreşte; pierderea de masă a materialului fibros, raportată la 100, reprezintă conţinutul în apret.

Prin metoda II, 10—20 g material fibros cu apret de neşifonabilizare, se tratează timp de 30 minute cu 100 ml apă distilată la temperatura 70°C. Apoi se usucă în etuvă cu vid la temperatura de 75°C pînă la masă constantă şi se cîntăreşte. Această greutate va fi folosită pentru calculul conţinutului de răşini. Materialul fibros se tratează cu acid formic 10% timp de jumătate de oră, la temperatura de 90°C, într-un raport de flotă 1 : 50. Se spală cu 1 000 ml apă distilată, apoi cu 50 ml amoniac 10% şi iar cu 1 000 ml apă distilată. Se usucă materialul fibros în etuvă cu vid la temperatura de 75°C. Diferenţa de masă reprezintă cantitatea de răşină extrasă.

*Determinarea conţinutului de formaldehidă.* Această determinare se face la ţesăturile tratate cu formaldehidă sau ureo-formaldehidă. Se introduce materialul fibros mărunţit şi cîntărit în prealabil, cu precizie de 0,0001 g, într-un vas conic cu dop şi se adaugă 1 volum măsurat de acid sulfuric 12 *n*. Se agită uşor conţinutul. Se lasă în repaos pentru ca formaldehida să treacă în soluţie. Hidroliza necesită cel puţin 4 ore şi este recomandabil să se lase peste noapte. Se filtrează prin creuzet filtrant $G_2$. Filtratul obţinut se aduce la balon cotat, se trece o parte alicotă de 5 ml într-un vas iodometric cu dop, de 25 ml şi se adaugă succesiv 1 ml soluţie acid cromotropic şi 5 ml acid sulfuric concentrat. Se fixează vasul în poziţie verticală într-o baie de apă, al cărui nivel trebuie să fie ceva mai ridicat decît nivelul probei de analizat.

Se încălzeşte şi se menţine la fierbere moderată 20—30 minute. Se răceşte soluţia obţinută, se aduce la balon cotat de 50 ml şi se măsoară densitatea optică a soluţiei la fotometru, folosind filtrul $\lambda$=580 m$\mu$. În condiţiile descrise formaldehida produce o coloraţie roşie-violetă.

*Observaţii:* masa uscată a materialului fibros trebuie obţinută după menţinerea ei în exicator cu vid peste pentoxid de fosfor sau prin determinarea indirectă a umidităţii; 0,02 g material fibros tratat cu uree-formaldehidă necesită 50 ml acid sulfuric 12 *n*.

*Reactivi:* acid cromotropic 5% soluţie apoasă; acid sulfuric 12 *n* (525 ml acid sulfuric concentrat se aduce la balon cotat de 1 000 ml cu apă distilată); soluţie etalon de formaldehidă (2,5 ml formaldehidă 37% se aduce la balon cotat de 100 ml, se obţine o soluţie de aproximativ 1%, care se aduce la o concentraţie de 0,02% şi se titrează cu dimedonă, pentru asigurarea unei concentraţii exacte).



Scanned with OKEN Scanner

*Determinarea conținutului de uree (tiouree, diciandiamidă).* Cantitatea de uree conținută în apret se poate calcula determinînd azotul prin metoda Kjeldhal.

*Determinarea conținutului de melamină*

Melamina poate fi dozată ca tetraclorură de melamină. O cantitate de 5—10 g material fibros, uscat în exicator cu vid peste pentoxid de fosfor, se tratează într-un balon cu 200 ml acid clorhidric 0,02 *n* (0,73 g/l acid clorhidric la 1 000 ml apă distilată) și se adaptează un refrigerent ascendent. Extracția se efectuează timp de 30 minute la temperatura de 70°C. Se trece extractul într-un balon cotat de 500 ml, se iau apoi 100 ml hidrolizat, se adaugă amestecînd energic acid acetic 40% și 5 ml soluție de hipoclorit de sodiu. Se produce o tulbureală albăstruie care trece într-o depunere floconoasă. Se filtrează printr-un creuzet filtrant $1G_2$ adus în prealabil la masă constantă și se spală cu apă distilată. Se usucă creuzetul la temperatura de (100±5)°C pînă la masă constantă; 1 mg tetraclorură de melamină corespunde la 0,477 mg bază melaminică.

*Determinarea conținutului de rășini carbamidice*

Procedeele aplicate în prezent pentru determinarea cantitativă a rășinilor carbamidice de pe țesături din fibre din celuloză regenerată, bazate pe îndepărtarea lor prin hidroliză sau prin dizolvarea cu solvenți organici, nu dau rezultate suficient de bune.

Este recomandabil a se determina rășinile carbamidice prin tratarea țesăturilor nesifonabilizate cu soluție de acid lactic și uree.

**Tehnica de lucru.** Se tratează aproximativ 1 g țesătură, timp de 30 minute, cu 100 ml apă distilată, la temperatura de 60°C. După spălare, se usucă pînă la masă constantă și se cîntărește exact; această greutate va fi folosită pentru calcul.

Se extrag în acest fel catalizatorii, substanțele solubile în apă, fracțiunile de precondensate și rășinile nefixate pe fibră, care nu au nici un rol, din punct de vedere al nesifonabilizării. Materialul fibros uscat se încălzește la fierbere sub reflux, timp de o oră, cu o soluție care conține 200 ml/l soluție acid lactic, cu greutate specifică 1,206—1,216 și 10 g uree. Se trece soluția cu materialul fibros pe un creuzet filtrant $1G_2$, se spală cu 1 000 ml apă caldă și 1 000 ml apă rece. Se efectuează în același timp și o probă în aceleași condiții, cu materialul fibros netratat cu rășini, pentru determinarea pierderilor de material.



Scanned with OKEN Scanner

*Determinarea conținutului de Mittin FF*

Pentru determinarea conținutului de Mittin *FF*, se utilizează aparatul Kjeldhal.

Se introduc în balonul aparatului 500 mg material fibros, 10—20 g Rhodorsil 424, cîteva bucăți de piatră ponce și 140 ml hidroxid de potasiu 14%. Se montează aparatul, avînd grijă să fie bine etanșeizat și se introduce în vasul conic, în care se prinde distilatul (6 ml acid clorhidric normal).

Se aduce la fierbere lentă și se menține astfel 20 minute. Se intensifică încălzirea, se distilă pînă se prind aproximativ 90 ml distilat (distilarea durează 45—50 minute). După răcire la temperatura ambiantă, se completează la 100 ml. Se introduc 50 ml distilat într-un balon cotat de 250 ml, se răcește la temperatura de 2—5°C. Se adaugă 1 ml nitrit de sodiu 0,7% și se agită. După 20 minute se tamponează adăugînd 15 ml bicarbonat de sodiu 8,5% și 2,5 g acid 1, 8, 3, 6-benzoil-amoniu-naftol-disulfonic, 0,89%. Se agită de mai multe ori și se așteaptă 10 minute, apoi se completează la 250 ml. Pentru a citi coloratia roșie developată, se utilizează fotometrul Dr. Lange.

Se stabilește o curbă de etalonare cu diluții progresive de soluții etalon și se trec pe abscisă valorile conținutului de Mittin, corespunzătoare diferitelor soluții și în ordonate absorbțiile determinate. Dacă coloratia este intensă, se diluează. Din valoarea citită la colorimetru, se calculează greutatea Mittinului, folosind curba de etalonare.

*Determinarea conținutului de Eulan U 33*

Pentru determinarea conținutului de Eulan *U 33*, se utilizează aparatul Kjeldhal. Se introduce într-un balon 1 g material fibros, cîteva bucăți de piatră ponce și 20 ml hidroxid de sodiu 46,5%.

Se montează aparatul, iar filtratul se prinde într-un flacon conic, care conține 15 ml acid clorhidric 7% și 15 ml izopropanol. Se încălzește mai întîi la flacără slabă cca 10 minute, pînă la dizolvarea completă a lînii. Apoi se adaugă 30 ml apă distilată. Se fierbe lent timp de 20 minute, astfel ca să nu distile. Apoi se fierbe puternic, pentru a se obține distilatul (durează 20 minute). În acest timp se introduce, picătură cu picătură prin pîlnie 50 ml apă distilată, pentru a se menține nivelul constant. Se continuă distilarea încă 10 minute, fără adaos de apă, pînă cînd în balon nu mai rămîne decît o mică cantitate de lichid.



Scanned with OKEN Scanner

Se opreşte încălzirea şi se introduc în balon 20 ml apă distilată care uşurează curăţirea ulterioară a balonului. Se spală refrigerentul cu 10 ml izopropanol, apoi cu 5 ml apă distilată, care se culeg în vasul distilat, în care se adaugă apoi 2 ml nitrit de sodiu 1% la temperatura ambiantă. Se agită exact 3 minute, se adaugă 1 ml soluţie acid etil-cromotropic 1% şi imediat hidroxid de sodiu 20%. Se observă developarea unei colorăţii roşii. Se trece într-un balon cotat de 250 ml şi se completează la semn; după ce vasul a fost spălat, se citeşte la fotometru Dr. Lange, după 30 minute de diazotare.

*Determinarea conţinutului de apret pe bază de alcool polivinilic*

5—10 g material textil se tratează timp de 2 ore cu o soluţie de tip butil-naftalin-sulfonat de sodiu (d.e Acvafil) la un raport de flotă 1 : 50, la temperatura de 90°C pe baie de apă. După scoaterea din soluţie se spală proba cu 1 $dm^3$ apă distilată la temperatura camerei. Epruveta se aspiră pe o pîlnie Büchner şi se usucă la temperatura de (105±3)°C pînă la masă constantă. Pentru verificarea dezapretării se foloseşte soluţie de iod-iodură de potasiu care în prezenţa apretului dă o culoare roşie-violacee, iar în absenţa apretului, galbenă.

*Soluţii:* soluţie de butil-naftalin-sulfonat de sodiu 1 g/$dm^3$.

*Determinarea conţinutului de apret pe bază de poliacrilat*

5—10 g material textil, absolut uscat şi cîntărit cu precizie de ±0,0001 g se fierb, sub reflux, cu clorură de metilen la un raport de flotă: 1 : 50 timp de 30 minute. Se îndepărtează solventul prin distilare. Proba de analizat se tratează în continuare cu 50 $cm^3$ alcool metilic timp de 5 minute. Se îndepărtează solventul prin distilare. Proba se spală apoi cu 200 $cm^3$ de apă distilată în care se menţine timp de 30 minute. Se repetă operaţia de spălare cu apă distilată. Proba se aspiră la pîlnie Büchner la trompă, se usucă la temperatura de (105±3)°C, pînă la masă constantă. Pentru verificarea dezapretării, epruveta se vopseşte cu un colorant de dispersie de tipul Cellitonechtgelb 0,1% la un raport de flotă 1 : 50, la temperatura de 70°C, timp de 30 minute. Apoi se aspiră la trompă, se spală cu soluţie de săpun neutral la temperatura 35—40°C timp de 10 minute. Proba se spală cu apă distilată la temperatura de 70°C şi apoi cu apă distilată la temperatura camerei.

Prezenţa apretului este indicată de culoarea galbenă, a probei; în lipsa apretului proba rămîne albă.



Scanned with OKEN Scanner

Conținutul de apret se calculează prin prinderea de masă a probei raportat la materialul absolut uscat analizat:

$$\text{apret} = \frac{M - M_1}{M} \cdot 100[\%],$$

în care:

$M$ este masa probei cu apret, în g;

$M_1$ — masa probei dezapretate, în g.

*Reactivi:* clorură de metilen p.a.; alcool metilic p.a; soluție colorant dispersie (Cellitonechtgelb) 0,1%; soluție săpun neutral, 2 g/dm³.

*Determinarea cantitativă a apretului pe bază de rășini aminoformaldehide și uree-formaldehidă*

Această metodă se aplică la materialele textile din bumbac, vîscoză filamentară, acetat de celuloză secundar și triacetat de celuloză, cît și la amestecurile din aceste fibre care conțin rășini formaldehidice sau în combinație cu uree, etilenuree, melamină, aminotriagine și epichlorhydrinuree.

Metoda constă în hidroliza rășinilor utilizate în acid clorhidric 0,01 n la fierbere. Pierderea de masă reprezintă cantitatea de rășini utilizate pentru finisare neșifonabilă.

**Tehnica de lucru.** 2 g material textil, absolut uscat la temperatura de (105±3)°C, mărunțit fin se cîntărește cu o precizie de ±0,0001 g. Proba se introduce într-un balon cu fund rotund, se adaugă 200 ml acid clorhidric 0,02 *n* și se fierbe sub reflux timp de o oră. Se decantează lichidul pe un creuzet filtrant adus în prealabil la masă constantă. Se spală reziduul din balon de 2 ori cu cîte 100 ml apă distilată încălzită la temperatura de 80—90°C și o dată cu 100 ml soluție de bicarbonat de sodiu. Se decantează soluția pe creuzetul filtrant și se spală din nou cu 100 ml apă distilată încălzită la temperatura de 80—90°C. Se trece reziduul pe creuzetul filtrant cu apă distilată rece și se spală cu apă distilată încălzită la temperatura de 80—90°C. Se lasă reziduul în contact cu apa distilată timp de 2—3 minute. În timpul spălării nu se aplică aspirarea. Se usucă creuzetul filtrant cu reziduul la temperatura de (105±3)°C pînă la masă constantă. Se cîntărește și se determină pierderea de masă.

Conținutul de apret se calculează cu relația:

$$\text{Apret} = \frac{M_r}{M_i} \cdot 100[\%],$$



Scanned with OKEN Scanner

în care:

$M_r$ este masa probei tratate absolut uscate, în g;

$M_i$ — masa probei netratate absolut uscate, în g.

## 1.9. Determinarea lianților pe bază de rășini termoplastice și autoreticulabile pe textile nețesute

În producția nețesutelor, la care fibrele sînt consolidate cu diferiți lianți, procentul de lianți folosiți atinge uneori pînă la 50% din compoziția produsului finit. Din această cauză, acești lianți sînt consideraţi pentru producția nețesutelor ca materii prime. Lianții sînt întrebuințați sub diferite forme: dispersii, soluții, pulberi termoplastice, fibre sintetice termoplastice și fire termoplastice. În funcție de tehnologia adoptată se alege una din stările mai sus menționate. Ca lianți se utilizează polimeri sintetici, rășini pe bază de polimeri vinilici, derivați ai acidului acrilic și metacrilic. Derivații acidului acrilic și metacrilic furnizează o varietate foarte mare de lianți pentru industria nețesutelor. Polimerii acidului acrilic și metacrilic fiind solubili în apă sînt folosiți la copolimerizare cu monomeri vinilici și dienici iar copolimerii rezultați formează apoi polimeri spațiali cu polialcooli și metale polivalente. Pentru separarea lor cantitativă este necesar să ținem seama de solubilitatea selectivă a acestora sau a suportului textil. Astfel rășinile termoplastice sînt solubile în solvenți organici și se pot îndepărta prin extracții selective. Rășinile autoreticulabile nu sînt solubile în solvenți organici care produc o ușoară gonflare. De aceea în acest caz trebuie dizolvate fibrele care constituie masa fibroasă în solvenți adecvați.

### 1.9.1. Determinarea conținutului de produse liante pe bază de copolimeri acrilici autoreticulabili

Materialele liante pe bază de copolimeri acrilici termoreactivi sînt utilizați ca agenți de consolidare la materialele textile nețesute constituite din amestecuri de fibre de bumbac, lînă, fibre celulozice regenerate, fibre acrilice, fibre poliamidice, și fibre poliesterice. Metoda de determinare a lianților constă în termofixarea liantului la temperatura de 140°C, îndepărtarea impurităților naturale și a celor provenite din procesul tehnologic, dizolvarea fibrelor textile într-un dizolvant. Reziduul insolubil constituit din materialul liant se cîntărește. Proba pentru analiză se termofixează la temperatura de 140°C timp de 30 minute. Din probă se îndepărtează impuritățile naturale și cele provenite din procesul tehnologic (cercuri, uleiuri,



Scanned with OKEN Scanner

avivaje). În acest scop, se face în prealabil o extracție cu eter de petrol la aparatul Soxhlet timp de o oră cu o viteză de minimum 6 sifonări pe oră. Se evaporă eterul de petrol din probă, după care se usucă în aer liber. Proba tratată se mărunțește prin desfibrilare și tăiere astfel încît să se obțină fibre cu lungimea de maximum 5 mm.

*Determinarea conținutului de produse liante la materialele textile nețesute din amestecuri de fibre pe bază de celuloză (bumbac, celofibră), fibre acrilice, fibre poliamidice sau fibre poliesterice*

**Tehnica de lucru.** Din proba pregătită și termofixată se cîntăresc într-o fiolă de cîntărire cu capac, tarată în prealabil, 0,5 . . . 1,0 g cu precizia de $\pm$0,0001 g. Se introduce fiola de cîntărire descoperită și cu capacul alături în etuvă și se usucă la temperatura de (105$\pm$3)°C. După uscare, se acoperă fiola cu capacul, se scoate din etuvă și se trece imediat în exicator, unde se lasă să se răcească timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizia de $\pm$0,0001 g. Se transferă conținutul fiolei de cîntărire în vasul conic cu dop rodat și se cîntărește fiola din nou. Diferența reprezintă masa materialului uscat luat pentru determinare ($M_u$). Se adaugă acid sulfuric în proporție de 100 cm$^3$ la 1 g de material uscat, se închide vasul cu dopul rodat și se agită cu ajutorul dispozitivului de agitare mecanică, timp de 30 minute, la temperatura de (20$\pm$1)°C). Se decantează și apoi se filtrează soluția printr-un creuzet filtrant $G_1$ tarat în prealabil, montat la vasul de trompă. Reziduul din vas se spală de două ori cu o mică cantitate de acid sulfuric și se transferă în același creuzet filtrant montat la vasul de trompă. Se aspiră lichidul și se spală din nou reziduul din creuzet cu o cantitate mică de acid sulfuric. Apoi reziduul se spală de mai multe ori cu apă, de două ori cu soluție de amoniac și din nou cu apă pînă la reacție neutră. În timpul spălării nu se aplică aspirarea, lichidul de spălare se lasă să treacă complet prin creuzetul filtrant, datorită gravitației. Restul lichidului din reziduul de pe filtru se elimină prin aspirare. Se usucă apoi creuzetul cu reziduul la temperatura de (105$\pm$3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de $\pm$0,0001 g.

*Determinarea conținutului de produse liante la materialele textile nețesute constituite din amestecuri binare de lînă cu fibre celulozice, fibre acrilice, poliesterice sau poliamidice*

Metoda constă în termofixarea liantului la temperatura de 140°C, îndepărtarea impurităților naturale și a celor provenite din procesul tehnologic, dizolvarea fibrelor de lînă în hipoclorit de sodiu și a fibrelor celulozice și sintetice în acid sulfuric concentrat.



Scanned with OKEN Scanner

**Tehnica de lucru.** Proba pentru analiză se termofixează timp de 30 minute la temperatura de 140°C. Pentru îndepărtarea impurităților naturale și a celor provenite din procesul tehnologic, se extrage proba cu eter de petrol în aparatul Soxhlet timp de o oră cu o viteză de minimum șase sifonări pe oră. Proba astfel tratată se mărunțește prin desfibrare și tăiere astfel încît să se obțină fibre cu lungimea de maximum 5 mm. Din proba pregătită se cîntăresc într-o fiolă de cîntărire cu capac, tarată în prealabil, 0,5 ... 1,0 g cu precizie de ±0,0001 g. Se introduce fiola de cîntărire descoperită și cu capacul alături în etuvă și se usucă la temperatura de (105±3)°C. După uscare, se acoperă fiola cu capacul, se scoate din etuvă și se trece imediat în exicator, unde se lasă să se răcească timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizia de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă. Masa se consideră constantă cînd diferența dintre două cîntăriri succesive nu depășește 0,0005 g.

Se transferă conținutul fiolei de cîntărire în vasul conic cu dop rodat și se cîntărește fiola din nou. Diferența reprezintă masa materialului uscat luat pentru determinare.

Se adaugă soluție de hipoclorit de sodiu în proporție de 100 $cm^3$ la 1 g de material uscat, se închide vasul cu dopul rodat și se agită la intervale regulate, timp de 30 minute la temperatura de (20±1)°C.

Se decantează soluția printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil și se reține fibrele. Se repetă această operație, utilizînd o cantitate suplimentară de soluție de hipoclorit de sodiu, apoi reziduul din vas se trece cantitativ, tot cu soluție de hipoclorit de sodiu, pe același creuzet filtrant montat la vasul de trompă. Reziduul din creuzet se spală cu apă, apoi cu soluție de acid acetic și din nou cu apă.

În timpul spălării nu se aplică aspirarea; lichidul de spălare se lasă să treacă complet prin creuzetul filtrant, datorită gravitației.

Restul lichidului din reziduul de pe filtru se elimină prin aspirare și se usucă apoi creuzetul cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răcește în exicator timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizie de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă.

Reziduul obținut se transferă cantitativ într-un vas conic cu dop rodat. Se adaugă acid sulfuric în proporție de 100 $cm^3$ la 1 g de reziduu uscat, se închide vasul cu dopul rodat și se agită la un agitator mecanic timp de 30 minute la temperatura de (20±1)°C. Se decantează și apoi se filtrează soluția printr-un creuzet filtrant, tarat în prealabil, montat la vasul de trompă.



Scanned with OKEN Scanner

Reziduul din vas se spală de două ori cu o mică cantitate de acid sulfuric şi se transferă apoi în acelaşi creuzet filtrant montat la vasul de trompă. Se aspiră lichidul şi se spală din nou reziduul din creuzet cu o cantitate suplimentară de acid sulfuric. Apoi reziduul se spală de mai multe ori cu apă, de două ori cu soluţie de amoniac şi din nou cu apă pînă la reacţie neutră.

În timpul spălării nu se aplică aspirarea; lichidul de spălare se lasă să treacă complet prin creuzetul filtrant, datorită gravitaţiei. Restul lichidului din reziduul de pe filtru se elimină prin aspirare. Se usucă apoi creuzetul cu reziduul la temperatura de (105±3)°C. Se răceşte în exicator timp de 30 minute şi apoi se cîntăreşte cu precizia de ±0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea şi cîntărirea pînă la masă constantă.

Conţinutul de materiale liante, exprimate în procente, raportate la proba uscată, se calculează cu relaţia:

$$\text{Materiale liante} = \frac{R}{M} \cdot 100 [\%]$$

în care:

$R$ este masa reziduului insolubil absolut uscat, în g;

$M$ — masa probei absolute uscate luată pentru determinare, în g.

*Reactivi:* acid sulfuric ($\rho$=1,84); amoniac soluţie (100 $cm^3$ amoniac concentrat — ($\rho$=0,880) — se diluează la 1 000 $cm^3$ cu apă distilată); hipoclorit de sodiu, soluţie 1 $M$ cu adaos de hidroxid de sodiu în proporţie de 5 g/l — soluţia va fi verificată iodometric şi va fi folosită la intervalul de concentraţie 0,9 $M$ ... 1,1 $M$; acid acetic soluţie (5 $cm^3$ acid acetic glacial se diluează la 1 000 $cm^3$ cu apă distilată); eter de petrol, cu interval de distilare între 60°C şi 80°C.

*Determinarea conţinutului de produse liante termoplastice*

Răşinile termoplastice sînt solubile în solvenţi organici ceea ce permite îndepărtarea lor de pe fibră prin extracţia în aparatul Soxhlet şi determinarea gravimetrică.

**Tehnica de lucru.** 5—10 g material textil se extrag într-un aparat Soxhlet cu eter de petrol, pentru a îndepărta impurităţile naturale şi cele provenite din procesul tehnologic. Extracţia trebuie să dureze o oră cu o viteză de minimum şase sifonări pe oră. Proba astfel tratată se introduce într-o fiolă de cîntărire cu capac, tarată în prealabil. Se introduce fiola de cîntărire descoperită şi cu capacul alături în etuvă şi se usucă la temperatura de (105±3)°C. După uscare, se acoperă fiola cu capacul, se scoate din etuvă şi se trece



Scanned with OKEN Scanner

imediat în exicator unde se lasă să se răcească timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizia de $\pm$0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă. Masa se consideră constantă cînd diferența dintre două cîntăriri succesive nu depășește 0,0005 g. Se introduce proba de analizat în patronul aparatului Soxhlet și se extrage cu acetonă, ester etilacetic, metiletilcetonă timp de 4 ore cu o viteză de minimum șase sifonări pe oră. Proba extrasă se introduce din nou într-o fiolă de cîntărire cu capac, tarată în prealabil. Se introduce fiola de cîntărire cu capac (descoperită) și cu capacul alături în etuvă și se usucă la temperatura de (105$\pm$3)°C. După uscare se acoperă fiola de cîntărire cu capacul, se scoate din etuvă și se trece imediat în exicator, unde se lasă să se răcească timp de 30 minute și apoi se cîntărește cu precizia de $\pm$0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea și cîntărirea pînă la masă constantă. Masa se consideră constantă cînd diferența dintre două cîntăriri succesive nu depășește 0,0005 g.

Metoda poate fi aplicată la toate fibrele textile cu excepția fibrelor triacetat și policlorură de vinil care sînt solubile în acetonă.

Conținutul de materiale liante, raportate la proba uscată, se calculează cu relația:

$$\text{Materiale liante} = \frac{M_2 - M_1}{M_1} \cdot 100[\%],$$

în care:

$M_1$ este masa materialului textil absolut uscat, extras, în g;

$M_2$ — masa materialului textil absolut uscat, luat pentru determinare, în g.

*Reactivi:* acetonă p.a.; metiletilcetonă p.a.; eter de petrol p.a.

## 1.10. Determinarea grăsimilor și cerurilor reziduale

Se efectuează prin extracție cu unul din următorii solvenți: eter de petrol, eter etilic, tricloretan, tetraclorură de carbon, clorură de metilen, cloroform. Se folosesc aparate Soxhlet, conform celor arătate la determinarea cerurilor.

Determinarea cantitativă a conținutului de grăsimi reziduale de lînă (metoda refractometrică) se bazează pe coeficientul de refracție al soluțiilor de grăsimi, care crește direct proporțional cu concentrația acestora în solvent.

**Tehnica de lucru.** 10 g lînă absolut uscată la temperatura de 75°C în etuvă cu vid, se extrage la Soxhlet cu tetraclorură de carbon timp de 3 ore, apoi tetraclorura de carbon se distilă. Extractul obți-

nut se reia cu 3 ml eter etilic; soluţia de grăsime în eter, se refractometrează la temperatura de 20°C şi se determină conţinutul procentual în grăsime al lînii, pe baza indicilor de refracţie citiţi; în baza experimentărilor de laborator au fost stabiliţi indicii de refracţie din tabelul 21.

*Tabelul 21*

**Conţinutul procentual de grăsimi corespunzător unor anumiţi indici de refracţie**

| Indice de refracţie | Cantitate de grăsime | Grăsime % | Indice de refracţie | Cantitate de grăsime | Grăsime % |
|---|---|---|---|---|---|
| 1,3528 | 0,01 | 0,1 | 1,3634 | 0,160 | 1,6 |
| 1,3534 | 0,02 | 0,2 | 1,3643 | 0,170 | 1,7 |
| 1,3540 | 0,03 | 0,3 | 1,3652 | 0,180 | 1,8 |
| 1,3546 | 0,04 | 0,4 | 1,3661 | 0,190 | 1,9 |
| 1,3552 | 0,05 | 0,5 | 1,3670 | 0,200 | 2,0 |
| 1,3579 | 0,06 | 0,6 | 1,3679 | 0,210 | 2,1 |
| 1,3566 | 0,07 | 0,7 | 1,3688 | 0,220 | 2,2 |
| 1,3573 | 0,08 | 0,8 | 1,3697 | 0,230 | 2,3 |
| 1,3580 | 0,09 | 0,9 | 1,3706 | 0,240 | 2,4 |
| 1,3587 | 0,1 | 1,0 | 1,3715 | 0,250 | 2,5 |
| 1,3593 | 0,110 | 1,1 | 1,3724 | 0,260 | 2,6 |
| 1,3601 | 0,120 | 1,2 | 1,3733 | 0,270 | 2,7 |
| 1,3609 | 0,130 | 1,3 | 1,3742 | 0,280 | 2,8 |
| 1,3617 | 0,140 | 1,4 | 1,3751 | 0,290 | 2,9 |
| 1,3625 | 0,150 | 1,5 | 1,3760 | 0,300 | 3,0 |

Procedeul este valabil pînă la un conţinut de 3% grăsimi în lînă, utilizîndu-se o probă de 10 g lînă.

## 1.11. Determinarea produselor de îngreunare la mătase

Substanţele chimice folosite pentru îngreunarea mătăsii se împart în:

— substanţe anorganice ca: tetraclorură de staniu, fosfat de sodiu, silicat de sodiu, săruri de plumb, zinc sau aluminiu;

— substanţe organice: tanin, extracte de plante tropicale.

Determinarea cantitativă a substanţelor de îngreunare se poate efectua prin:

— determinarea cenuşii prin calcinare uscată (aplicabilă numai la îngreunarea făcută cu săruri minerale);



Scanned with OKEN Scanner

— determinarea conținutului de azot, după îndepărtarea prealabilă a tuturor substanțelor străine de apretură cu conținut de azot. Această metodă poate fi utilizată la orice procedeu de îngreuiere.

*Determinarea cenușii*

1—2 g mătase, absolut uscată la temperatura de (105±3)°C și mărunțită, se calcinează la temperatura de 800°C, într-un creuzet adus la masă constantă. După calcinare, se răcește creuzetul timp de 30 minute în exicator și se cîntărește.

Masa cenușii, înmulțită cu coeficientul 1,28, reprezintă masa substanțelor de îngreuiere aflate pe firele de mătase. Diferența de masă dintre masa totală a probei și masa substanțelor de îngreuiere, reprezintă masa fibroinei. Raportul procentual obținut astfel nu reprezintă cifra comercială a încărcăturii, deoarece nu s-a luat în considerație pierderea prin degomare, care în medie este de 25%.

Pentru calcularea îngreuierii, se utilizează relația:

$$\text{îngreuiere comercială} = \frac{1{,}28 \cdot G_1}{1{,}25\,(G - 1{,}28 G_1)} \cdot 100[\%],$$

în care:

$G$ este masa probei luată pentru analiză, în g;

$G_1$ — masa cenușii după calcinare, în g.

*Determinarea azotului*

Fibroina conține o cantitate constantă de azot 18,4% raportată la mătasea absolut uscată. Pentru mătasea care conține și umiditatea normală de 10% (repriza), conținutul de azot de 16,56%.

Pentru efectuarea determinării se iau probe de 0,5—1 g material fibros, absolut uscat în etuva de vid la temperatura de 75°C, se tratează într-o baie de acid acetic 25% timp de 10 minute la fierbere, după care se spală cu 500 ml apă distilată. Prin acest tratament se îndepărtează coloranții bazici și ca atare poate fi repetat de două—trei ori. Proba se introduce apoi într-o baie care conține 30 g/l săpun și 2 g/l carbonat de sodiu la fierbere timp de 20 minute. Se îndepărtează apreturile, coloranții direcți și acizii. Se spală cu apă distilată și se usucă. După uscare, se determină la această probă azotul prin metoda Kjeldhal. La 1 ml acid sulfuric 0,1 $n$ corespunde 0,0014 g azot sau 0,0076 g fibroină uscată.

Identificarea și determinarea cantitativă a substanțelor chimice de îngreuiere se fac după metodele indicate la cap. „Determinarea cationilor și anionilor pe fibre".



Scanned with OKEN Scanner

*Identificarea substanţelor organice*

Pentru identificarea substanţelor organice utilizate pentru îngreuiere, mătasea se supune la început unei extracţii cu apă fierbinte, pentru îndepărtarea sulfatului de magneziu, sulfatului de sodiu, glicerinei şi a săpunurilor care se găsesc pe fire. După uscare, proba de mătase este supusă unei extracţii cu amestec în proporţii egale de benzen şi eter etilic, pentru îndepărtarea uleiurilor, parafinei sau a grăsimii, la aparatul Soxhlet. Se încălzeşte apoi proba cu soluţie de acid clorhidric 0,5 *n*, pe baie de apă (raport de flotă 1 : 50). Se observă dacă ea virează la galben-roşcat şi dacă acidul devine în acest timp maro. O cantitate de 5 ml din această soluţie se tratează cu hidroxid de calciu. O coloraţie violetă arată că îngreuierea s-a făcut cu tanin şi săruri de fier; dacă proba cu acid clorhidric se colorează în maro-roşcat şi virează în violet cu hidroxidul de calciu, îngreuierea s-a făcut cu extract de plante tropicale.

Identificarea îngreuierii, pe bază de tanin, poate fi efectuată şi după reacţiile indicate mai înainte pentru identificarea taninului.

*Determinarea spectrofotometrică a staniului*

Materialul textil este dezagregat umed, iar staniul din soluţia acidă este extras în toluen. Staniul extras din solventul organic cu violet de catechol dă o coloraţie violetă a cărei intensitate, funcţie de concentraţie, se măsoară cu ajutorul unui spectrofotometru, la o lungime de undă de 552 nm.

**Tehnica de lucru.** 1,0 g material textil, absolut uscat la temperatura de (105±3)°C şi cîntărit cu precizia de ±0,0001 g se introduc într-un balon Kjeldhal; se adaugă 10 ml acid sulfuric (36 *N*), apoi 2 ml acid azotic (16 *N*). Se încălzeşte uşor şi se adaugă o cantitate suplimentară de acid azotic (16 *N*), pînă la distrugerea substanţelor organice. Se evaporă, se răceşte şi se adaugă 10 ml apă, se fierbe pentru a îndepărta vaporii de acid azotic, apoi se evaporă pînă la apariţia vaporilor nitroşi. Se răceşte şi se adaugă 30 ml apă distilată. Se trece soluţia obţinută într-un balon cotat de 250 ml astfel încît conţinutul de staniu să fie de 0,05% staniu. Se aduce la balon cotat cu acid sulfuric (9 *N*). Se iau, cu o pipetă, 25 ml soluţie, care să nu conţină mai mult de 40 µg staniu şi se transferă într-o pîlnie de separare de 50 ml. Se adaugă 2,5 ml soluţie (5 *M*) de iodură de potasiu, se agită şi se adaugă 10 ml toluen. Dacă volumul soluţiei de analizat depăşeşte 25 ml se adaugă 1,0 ml iodură de potasiu pentru fiecare 10 ml soluţie în exces. Pîlnia cu solvent se agită puternic timp de 2 minute, se lasă straturile să se separe, se înde-

părtează faza apoasă. Se spală stratul de toluen prin agitare dar nu prin scuturare cu 5 ml dintr-o soluţie preparată prin amestecarea a 25 ml acid sulfuric (9 *N*) şi 2,5 ml soluţie de iodură de potasiu. Se îndepărtează apele de spălare. Se adaugă 5 ml apă distilată la extractul de toluen şi apoi soluţia de hidroxid de sodiu (5 *N*) picătură cu picătură pînă cînd stratul de toluen este incolor. Sînt necesare 6—10 picături de hidroxid de sodiu. Se adaugă încă 2 picături de hidroxid de sodiu (5 *N*), se scutură pîlnia timp de 30 s. Se lasă straturile să separe, se trece stratul apos în pahar Berzelius de 50 ml, se adaugă 3 ml soluţie de hidroxid de sodiu (0,1 *N*) la stratul de toluen şi se agită pîlnia timp de 30 s. Se lasă straturile să separe şi se adaugă stratul apos la conţinutul paharului de 50 ml. Se reţine stratul de toluen. Se acidulează stratul apos din pahar cu 2,5 ml acid clorhidric şi se decolorează iodul eliberat prin adăugarea picătură cu picătură a soluţiei de acid ascorbic. Se adaugă 2,0 ml soluţie de violet de catechol. Se spală stratul de toluen reţinut din agitarea de mai sus, dar fără scuturare, cu 5 ml soluţie acetat de sodiu. Se adaugă aceste ape de spălare la conţinutul paharului, se ajustează *p*H-ul la 3,8±0,1 cu soluţie de amoniac la un *p*H-metru. Se măsoară densitatea optică a soluţiei la un spectrofotometru la o lungime de undă de 552 nm utilizînd o cuvă de 10 mm. Se calculează conţinutul de staniu referindu-l la o curbă de etalonare.

Pentru stabilirea curbei de etalonare se introduce cu ajutorul unei microbiurete 0,1; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 şi 4,0 ml soluţie standard de staniu într-o serie de baloane cotate de 25 ml. Se completează pînă la 7,0 ml cu apă distilată. La fiecare se adaugă în următoarea ordine reactivii: 1,0 ml soluţie de hidroxid de sodiu (5 *N*), 2,5 ml soluţie de acid clorhidric, 2,0 ml soluţie violet de catechol, 5,0 ml soluţie de acetat de sodiu. Se ajustează *p*H-ul soluţiilor la 3,8±0,1 cu soluţie de amoniac. Se aduce la volum de 25 ml cu apă distilată. Se lasă soluţia timp de 30 minute în repaos. Se măsoară densitatea optică a soluţiilor cu cuve de 10 mm la o lungime de undă de 552 nm. Curba obţinută trebuie să fie rectilinie şi să treacă prin origine.

*Aparatură:* spectofotometru.

*Reactivi:* toluen; soluţie amoniac 5 *N;* acid ascorbic 5%, soluţie apoasă proaspăt preparată; acid clorhidric 5 *N*; iodură de potasiu 5 *M* (83%) preparată prin dizolvarea a 83 g iodură de potasiu în 70 ml apă distilată şi se aduce apoi la volum de 100 ml. Soluţia se utilizează proaspăt preparată; acetat de sodiu 5 *N*; hidroxid de sodiu (5 *N*), (0,1 *N*); acid sulfuric concentrat 9 *N*; acid azotic concentrat (16 *N*). Soluţie standard de staniu 0,20 mg/l staniu preparat prin di-



Scanned with OKEN Scanner

zolvarea a 0,1000 g staniu în 20 ml acid sulfuric concentrat. Se încălzeşte pînă la apariţia vaporilor de bioxid de sulf, se răceşte şi se adaugă la 150 ml apă distilată. Se răceşte şi se adaugă apoi la 65 ml acid sulfuric concentrat. Se răceşte şi se trece într-un balon cotat de 500 ml, completîndu-se cu apă distilată. 5 ml din această soluţie se aduce la balon cotat de 100 ml cu apă distilată. 1 ml din această soluţie conţine 10,0 μg staniu; violet de catechol 0,05 g/100 ml în apă, se utilizează proaspăt preparată.

## 1.12. Determinarea acidităţii reziduale

Determinarea produselor reziduale provenind din conducerea nejudicioasă a proceselor tehnologice mai ales carbonizarea lînii, constituie factori importanţi în rezolvarea expertizelor tehnice.

Pentru identificarea acidităţii reziduale se presează proba între două plăci de sticlă, pe care se aşază o hîrtie de turnesol, umezită. Coloraţia roşie a hîrtiei de turnesol indicatoare arată prezenţa acidităţii.

*Determinarea cantitativă a acidităţii reziduale la lînă*

Acizii din lînă se extrag cu o soluţie diluată de piridină şi se titrează cu o soluţie de hidroxid de sodiu.

**Tehnica de lucru.** Proba pentru analiză se extrage cu clorură de metilen. Îndepărtarea cerurilor şi a grăsimilor se efectuează numai dacă extractul în clorură de metilen depăşeşte 1%. În acest caz se extrage proba cu clorură de metilen în aparatul Soxhlet, timp de o oră, cu o viteză de minimum 6 sifonări pe oră. După evaporarea clorurii de metilen, proba extrasă se usucă în aer liber. Proba tratată se mărunţeşte prin desfibrare sau tăiere, astfel încît să se obţină fibre cu lungimea de maximum 5 mm.

Se cîntăresc într-o fiolă de cîntărire cu capac, tarată în prealabil, $2 \pm 0{,}0001$ g lînă extrasă; în două vase conice se introduc cîte $2 \pm 0{,}0001$ g din proba pentru determinarea acidităţii.

Se introduce fiola de cîntărire (descoperită şi cu capacul alături) în etuvă şi se usucă la temperatura de $(105 \pm 3)$°C. După uscare, se acoperă fiola cu capacul, se scoate din etuvă, se răceşte în exicator timp de 30 minute şi se cîntăreşte cu precizie de 0,0001 g. Se repetă uscarea, răcirea şi cîntărirea pînă la masă constantă. Masa se consideră constantă cînd diferenţa dintre două cîntăriri succesive nu depăşeşte 0,0005 g. Se determină astfel masa probei uscate luate pentru

determinare. În fiecare din cele două vase conice se adaugă 100 $cm^3$ soluție de piridină și se închid vasele cu dopul rodat. Se agită vasele timp de o oră cu ajutorul agitatorului mecanic sau se lasă peste noapte, la temperatura camerei, după ce în prealabil s-au agitat manual, pentru a umezi cît mai bine materialul. Se decantează și apoi se filtrează separat cele două soluții prin cîte un creuzet filtrant.

Probele din vasele conice se spală de două ori cu cîte 20 $cm^3$ apă. Se trece apoi lîna pe creuzetele filtrante tarate și se spală din nou cu 20 $cm^3$ apă. În timpul spălării nu se aplică aspirarea; se lasă lichidul de spălare să treacă complet, datorită gravitației, prin creuzetul filtrant. Soluțiile obținute se trec separat, cantitativ, în cîte un balon cotat de 250 $cm^3$ și se aduc fiecare la semn cu apă. Cîte 100 $cm^3$ din fiecare din aceste soluții se trec în cîte un vas conic, se adaugă 3 picături de fenolftaleină și se titrează cu o soluție de hidroxid de sodiu pînă la apariția unei colorații roz care persistă după o ușoară agitare.

Aciditatea lînii, raportată la proba uscată, se calculează cu relația:

$$\text{Aciditate} = \frac{V \cdot 2{,}5 \cdot K}{m} \cdot 100 \ [\%],$$

în care:

$V$ este volumul de soluție de hidroxid de sodiu 0,01 $n$ utilizat la titrare, în $cm^3$;

2,5 — raportul dintre volumul soluției care conține acizi și volumul luat pentru titrare;

$K$ — cantitatea de acid, în g, corespunzătoare la un $cm^3$ hidroxid de sodiu 0,01 $n$ și a cărei valoare este funcție de acidul în care se exprimă rezultatul astfel:

0,000365 pentru acidul clorhidric;
0,00046 pentru acidul formic;
0,00049 pentru acidul sulfuric;
0,0006 pentru acidul acetic;

$m$ — masa probei uscate luate pentru determinare, în g.

*Reactivi:* piridină, soluție 5 g/l (5 g piridină se dizolvă în 1 000 $cm^3$ apă); hidroxid de sodiu, soluție 0,01 n; clorură de metilen; fenolftaleină, soluție 0,5 g/l în alcool etilic (0,5 g fenolftaleină se dizolvă în 100 $cm^3$ alcool etilic 96% vol).

*Determinarea cantitativă a acidității la articolele tehnice*

O probă de 5—10 g material fibros absolut uscat, cîntărit cu precizie de 0,0001 g se introduce, într-un vas prevăzut cu refrigerent



Scanned with OKEN Scanner

ascendent, se adaugă 200 ml apă distilată şi se extrage timp de două ore la temperatura de 70°C. În timpul extragerii, temperatura trebuie menţinută constantă, ceea ce se realizează prin menţinerea probei într-un termostat. Apoi soluţia se filtrează într-un vas conic de 600 ml. Se spală de două ori cu apă distilată la temperatura de 70°C, iar apele de spălare se titrează cu soluţie de hidroxid de sodiu 0,1 *n*, în prezenţa fenolftaleinei ca indicator. Se efectuează în acelaşi mod o probă martor.

1 ml NaOH 0,1 *n* corespunde la 0,0049 g $H_2SO_4$.

*Determinarea cantitativă a acidităţii (metoda Hirst şi King)*

(10 g de material fibros absolut uscat la temperatura de (105±3)°C, care a fost extras în prealabil cu alcool etilic pentru îndepărtarea eventualelor urme de săpun rezidual, se tratează cu 300 ml apă distilată care conţine 50 ml soluţie de tereftalat de sodiu 0,1 *n* şi se menţine la temperatura de 60°C timp de 3—5 ore sub agitare. Se filtrează la vid şi se spală cu apă distilată. Filtratul conţine acizii din materialul fibros sub formă de acid tereftalic şi tereftalat de sodiu, care au intrat în reacţie. La filtrat se adaugă 50 ml acid sulfuric 0,1 *n*; se formează acidul tereftalic, care rezultă prin descompunerea tereftalatului de sodiu. Excesul de acid sulfuric care n-a reacţionat, se titrează cu hidroxid de sodiu 0,1 *n*. Cantitatea de hidroxid de sodiu necesară titrării, corespunde cantităţii de acid care se află iniţial pe lînă.

## 1.13. Determinarea alcalinităţii reziduale

Determinarea alcalinităţii reziduale constituie un indice preţios în controlul proceselor tehnologice de spălare în mediu alcalin.

*Identificarea alcalinităţii reziduale*

Se presează proba între două plăci de sticlă, pe care se aşază hîrtia de turnesol umezită. Culoarea albastră a hîrtiei de turnesol arată prezenţa alcalinităţii.

*Determinarea cantitativă a alcalinităţii reziduale la lînă*

Metoda constă în extragerea substanţelor alcaline cu o soluţie diluată de acid boric şi dozare prin titrare cu acid clorhidric. Con-



Scanned with OKEN Scanner

ţinutul de substanţe alcaline se exprimă sub formă de carbonat de sodiu, hidroxid de sodiu sau oxid de sodiu în procente.

**Tehnica de lucru.** Proba pentru analiză se extrage cu clorură de metilen în aparatul Soxhlet timp de o oră cu o viteză de minimum 6 sifonări pe oră. După evaporarea clorurii de metilen, proba extrasă se usucă în aer liber. Îndepărtarea cerurilor şi a grăsimilor se efectuează numai dacă extrasul în clorură de metilen depăşeşte 1%.

Din proba astfel pregătită se introduce într-o fiolă de cîntărire 1 g material fibros. Fiola de cîntărire se introduce în etuvă cu capacul alături şi se usucă la temperatura de (105±2)°C. După uscare, se acoperă fiola cu capacul, se scoate din etuvă, se răceşte în exicator timp de 30 minute şi se cîntăreşte cu precizie de 0,0002 g. Masa se consideră constantă cînd diferenţa dintre două cîntăriri succesive nu depăşeşte 0,0005 g.

Se transferă conţinutul fiolei de cîntărire în vasul conic cu dop rodat şi se cîntăreşte fiola din nou. Diferenţa reprezintă masa materialului uscat luat pentru determinare.

Se adaugă soluţia de acid boric în proporţie de 100 ml la 1 g material uscat şi se închide vasul cu dopul rodat. Pentru a se extrage substanţele alcaline se agită vasul timp de 2 ore cu ajutorul unui agitator mecanic sau se lasă peste noapte, la temperatura camerei, după ce în prealabil s-a agitat manual, pentru a umezi cît mai bine materialul. Se decantează şi apoi se filtrează soluţia prin creuzetul filtrant. Reziduul din vasul conic se spală de două ori cu cîte 20 ml apă distilată. Se trece apoi reziduul din creuzetul filtrant şi se spală din nou cu 20 ml apă distilată. În timpul spălării nu se aplică aspirarea. Soluţia obţinută se introduce cantitativ într-un balon cotat de 250 ml şi se aduce la semn cu apă distilată. 100 ml din această soluţie se trec într-un vas conic de 200 ml şi se titrează cu soluţie de acid clorhidric în prezenţa indicatorului roşu de metil.

Conţinutul de substanţe alcaline din lînă, exprimat în procente faţă de masa probei uscată, se calculează cu relaţia:

$$\text{Substanţe alcaline} = \frac{V \cdot 2{,}5 \cdot K}{m} \cdot 100\ [\%],$$

în care:

$V$ este volumul soluţiei de acid clorhidric 0,01 $n$, utilizat la titrare, în ml;

2,5 — raportul dintre volumul soluţiei, care conţine substanţele alcaline şi volumul luat pentru titrare;

$K$ — cantitatea de substanţe alcaline, în g, corespunzătoare la 1 ml acid clorhidric 0,01 $n$ şi a cărei valoare este în

funcție de acidul în care se exprimă rezultatul, astfel:
0,00053 pentru carbonat de sodiu;
0,00040 pentru hidroxid de sodiu;
0,00031 pentru oxid de sodiu.

*Reactivi:* acid boric, soluție 1 g/100 ml (10 g acid boric se dizolvă în 100 ml apă); acid clorhidric 0,01 *n*; clorură de metilen; roșu de metil, soluție 0,1 % în alcool etilic absolut.

*Determinarea cantitativă a alcalinității la articolele tehnice*

O probă de 10 g material textil, absolut uscat la temperatura de (105±3)°C și mărunțit, se extrage în 200 ml apă distilată, într-un vas conic prevăzut cu refrigerent ascendent timp de 2 ore agitîndu-se din 10 în 10 minute. Soluția obținută se filtrează într-un vas conic, se spală proba cu apă distilată pînă la reacția neutră și se titrează cu acid clorhidric 0,1 *n* în prezența metiloranjului. Se efectuează și o probă martor.

1 ml HCl 0,1 *n* corespunde la 0,0053 g $Na_2CO_3$.

*Determinarea cantitativă a alcalinității reziduale (metoda Hirst și King)*

10 g material fibros, absolut uscat și extras cu alcool etilic (pentru îndepărtarea eventualelor urme de săpun rezidual) se tratează cu 300 ml apă distilată, care conține o suspensie de acid tereftalic (1—2 g) în exces și se menține la temperatura de 60°C, timp de 4 ore, agitîndu-se continuu. Se filtrează la vid și se spală cu apă distilată. Filtratul conține alcaliile din lînă sub formă de tereftalat de sodiu. Se adaugă 50 ml acid sulfuric 0,1 *n*, se filtrează acidul tereftalic format și se titrează surplusul de acid sulfuric cu hidroxid de sodiu 0,1 *n*. Cantitatea de acid sulfuric necesară pentru descompunerea tereftalatului de sodiu corespunde alcalinității lînii.

## 1.14. Determinarea produselor de oxidare și reducere de pe materialele textile

Pentru detectarea acestor produși se determină, *r*H-ul, adică potențialul de oxido-reducere. Pentru aceasta, se extrag cca 5 g material fibros cu 50 ml apă distilată, într-un balon prevăzut cu refrigerent ascendent, timp de 30 minute la temperatura de 25—30°C. La o porțiune din extractul obținut se determină cu hîrtie indicator redox, valoarea *r*H-ului. Determinarea exactă a valorii *r*H-ului colorimetric se poate face și cu indicatori. La încercările de *r*H cu soluție de



Scanned with OKEN Scanner

indicator trebuie avut în vedere că soluţiile îşi pot modifica *r*H-ul, dacă stau în contact cu aerul sau lumina. Pentru determinări foarte precise se recomandă ca măsurătorile să se facă în atmosferă de gaz inert şi cu cantităţi foarte mici de indicator pentru ca aceasta să nu influenţeze valoarea *r*H-ului.

În tabelul 22 se prezintă indicatorii redox utilizaţi mai mult.

*Tabelul 22*

**Indicator Redox**

| Indicatorul | Domeniul | Culorile virate | | Soluţie calculată % |
|---|---|---|---|---|
| | | Oxidat | Redus | |
| Roşu neutral | 2.0—4,5 | Roşu | Incolor | 0,05 g în alcool 60% |
| Safranină *T* | 4,0—7,5 | Roşu | Incolor | 0,05 g în apă |
| Indigo sulfonat | 8,6—10,6 | Albastru | Gălbui | 0,05 g în apă |
| Indigo trisulfonat | 9,5—12,0 | Albastru | Gălbui | 0,05 g în apă |
| Indigo tetrasulfonat | 11,5—13,5 | Albastru | Gălbui | 0,05 g în apă |
| Albastru metilen | 13,5—15,5 | Albastru | Incolor | 0,05 g în apă |
| Tionină | 15,0—17,0 | Violet | Incolor | 0,05 g în alcool 60% |
| Albastru toluilen | 16,0—18,1 | Albastru | Incolor | 0,05 g în alcool 60% |
| Timol-indofenol | 17,5—20,0 | Albastru | Incolor | 0,02 g în alcool 60% |
| *m*-crezolindofenol | 19,0—21,0 | Albastru | Incolor | 0,02 g în alcool 60% |
| 2. 6 diclorindofenol | 20,0—22,5 | Albastru | Incolor | 0,02 g în apă |
| Acid difenil-amino-sulfonic | 27,0—29,0 | Violet | Incolor | 0,05 g în apă |

*Identificarea substanţelor reducătoare*

Se introduc 10—20 g material fibros într-un pahar cilindric care conţine 200 ml apă distilată; 10 ml din extractul apos se tratează cu cîteva picături de acid sulfuric şi trei picături de permanganat de potasiu 0,01 *n*. Culoarea roz dispare imediat în cazul prezenţei substanţelor reducătoare şi persistă timp de minimum 3 minute cînd nu sînt prezente.



Scanned with OKEN Scanner

## 1.15. Determinarea cantitativă a uleiajelor reziduale

Determinarea uleiului de pe materialul textil se face prin extracţia cu unul din următorii solvenţi: eter de petrol, eter etilic, tetraclorură de carbon, tricloretan, sulfură de carbon. Cei mai utilizaţi sînt tetraclorura de carbon (punct de fierbere 76,8°C) şi tricloretilena (punct de fierbere 80°C). Extracţia se face în aparate Soxhlet.

## 1.16. Determinarea săpunurilor reziduale de pe materialele textile

Pe materialele textile se pot găsi atît săpunuri alcaline solubile în apă şi alcool etilic, cît şi săpunuri de calciu, fier, zinc, aluminiu, cupru, insolubile, care produc îngălbeniri sau pete.

*Determinarea cantitativă a săpunului alcalin*

Se iau 5—10 g material fibros, care în prealabil a fost degresat cu tetraclorură de carbon; se tratează cu 70 ml apă distilată, la 50°C, timp de 60 minute.

Se filtrează şi se spală cu apă distilată caldă, se adaugă 50 ml acid sulfuric 0,05 *n* şi se titrează, cu hidroxid de sodiu 0,05 *n* în prezenţă de fenolftaleină, acizii graşi care au fost puşi în libertate; 1 ml acid sulfuric corespunde la 0,032 g oleeat de potasiu.

Cînd materialul fibros prezintă alcalinitate reziduală, se determină mai întîi prin titrare cu acid sulfuric 0,05 *n*, iar la determinarea conţinutului de săpun se adaugă o cantitate echivalentă de acid sulfuric cu alcalinitate reziduală, şi încă un exces. Conţinutul în săpun alcalin se mai poate determina şi prin extracţia cu alcool etilic la aparatul Soxhlet.

*Determinarea cantitativă a săpunurilor insolubile*

Se tratează materialul fibros cu tetraclorură de carbon la Soxhlet, pentru îndepărtarea uleiurilor sau eventualelor grăsimi reziduale. Apoi, materialul degresat este supus extracţiei într-un balon cu acid clorhidric 10% la fierbere, timp de 30 minute. Se descompune astfel săpunul în acizi graşi şi în clorura metalului respectiv.

## 1.17. Determinarea clorului rezidual

Determinarea conţinutului de clor rezidual de pe materialele textile constituie un indice preţios în detectarea îngălbenirii sau a degradării



Scanned with OKEN Scanner

din cauza conducerii nejudicioase a proceselor tehnologice de albire, clorare, antiîmpîslire, anticontracție, spălare.

Pentru identificarea clorului rezidual se presează proba de analizat între două foi de hîrtie iod-amidonată. În prezența clorului aceasta se colorează în albastru.

**Tehnica de lucru.** Din probele de analiză se taie două epruvete avînd dimensiunile de cca 200×200 mm fiecare. În cazul firelor se ia o cantitate care să acopere o suprafață de cca. 200×200 mm.

Fiecare din cele două epruvete se înmoaie prin cufundare timp de 1 minut în apă distilată la temperatura de (20±1)°C. Se scot și se așază la presă timp de 5 minute între două foi de hîrtie iod-amidonată proaspăt preparate. Apariția coloratiei albastru pe hîrtia iod-amidonată indică prezența clorului activ.

*Determinarea cantitativă a conținutului de clor rezidual*

Această determinare constă în tratarea extractului apos al probei cu un exces de soluție de arsenit de sodiu și titrarea excesului de arsenit de sodiu cu iod în mediu de bicarbonat de sodiu.

**Tehnica de lucru.** Proba de analizat se mărunțește în porțiuni cu dimensiuni care nu trebuie să depășească 0,5 cm. Se cîntăresc la balanța analitică 2 . . 3 g material fibros absolut uscat la temperatura de (105±3)°C într-un flacon cu dop rodat.

Se adaugă apoi 100 $cm^3$ apă distilată încălzită la temperatura de 50°C și se menține pe baia de apă la această temperatură timp de 30 minute. Apoi se răcește la temperatura de (20±1)°C se adaugă 2 g de bicarbonat de sodiu și după dizolvare se introduc 25 $cm^3$ soluție de arsenit de sodiu și 1 . . . 2 $cm^3$ soluție de amidon. Excesul de arsenit se titrează cu iod pînă la colorarea în albastru a soluției.

Conținutul de clor activ se calculează cu relația:

$$\text{clor activ} = \frac{0{,}0003547\,(25-V)}{m} \cdot 100[\%],$$

în care:

0,0003547 reprezintă cantitatea de clor, în g, corespunzătoare la 1 $cm^3$ soluție de arsenit de sodiu 0,01 n;

25 — volumul soluției de arsenit de sodiu 0,01 *n*, introdus în soluție, în $cm^3$;

*V* — volumul soluției de iod 0,01 *n* folosit la titrare în $cm^3$;

*m* — masa probei luate pentru determinare, în g.



Scanned with OKEN Scanner

*Reactivi:* hîrtie iod-amidonată (se titrurează 3 g amidon solubil cu puţină apă caldă într-un mojar, se toarnă apoi în 300 $cm^3$ apă distilată la fierbere; se fierbe 5 minute după care se dizolvă încă 3 g de iodură de potasiu; se taie din hîrite de filtru calitativă bucăţi de 200×200 mm şi se înmoaie într-o cuvă cu soluţia de mai sus; se scoate şi se usucă la loc ferit de praf, lumină şi acizi); bicarbonat de sodiu p.a.; arsenit de sodiu, soluţie 0,01 *n* (se cîntăresc 0,49455 g trioxid de arsen — $As_2O_3$ — uscat în prealabil la temperatura de 150°C şi se dizolvă în cît mai puţină soluţie de hidroxid de sodiu 10% fierbinte; se trece cantitativ soluţia obţinută într-un balon cotat de 1 000 $cm^3$, se adaugă 2 sau 3 picături de soluţie alcoolică 0,5% de fenolftaleină şi apoi acid sulfuric 10% pînă la decolorarea soluţiei. În balon se adaugă 25 g bicarbonat de sodiu dizolvat în cca. 500 $cm^3$ apă, după care se aduce la semn cu apă); amidon soluţie 0,6% proaspăt preparată (0,6 g amidon se titrurează într-un mojar cu puţină apă caldă pînă se obţine o pastă care se toarnă în 100 $cm^3$ apă fierbinte şi se fierbe timp de 5 minute; se lasă să se decanteze şi se foloseşte lichidul limpede de deasupra); iod soluţie 0,01 *n*.

## 1.18. Determinarea fracţiilor moleculare (oligomeri)

La producerea polimerilor care formează fibra apar în timpul reacţiilor, pe lîngă produsul de bază şi componente de masă moleculară scăzută, cu aceiaşi compoziţie chimică ca cele de bază. Acestea se deosebesc în esenţă în ceea ce priveşte lungimea lanţului respectiv, mărimea moleculelor, cît şi proprietăţile lor fizice. Aceste combinaţii, denumite oligomeri au avut în trecut scopul nu numai de a servi ca model pentru cercetarea proprietăţilor polimerilor ci şi un rol în diferitele etape ale prelucrării fibrelor. Astfel de pildă, poliamida 6 tehnică, după policondensare conţine pînă la 12% componente cu masă moleculară scăzută, care se pot extrage cu apă distilată, respectiv cu solvenţi organici. Aceste componente sînt constituite în esenţă din lactamă netransformată şi oligomeri ciclici. Deoarece aceste substanţe perturbează procesul de filare din topitură, ele vor fi îndepărtate printr-o spălare sub presiune înainte de transformarea polimerilor în fibre. La fibrele poliesterice, polietilentereftalatul tehnic cuprinde 2—3 oligomeri care nu se îndepărtează înainte de filare întrucît pe de o parte nu deranjează procesul de filare, iar pe de altă parte sînt extraşi exclusiv în solvenţi organici. Oligoesterii provoacă totuşi perturbări în procesele ulterioare de prelucrare a fibrelor.



Scanned with OKEN Scanner

În topitură se creează un echilibru între polimerii şi oligomerii ciclici cu precădere la trimerii ciclici. Acţiunea termică poate rupe acest echilibru, mobilizează oligomerii şi prin migrare se concentrează la suprafaţa fibrei. În cazul băilor de vopsire la temperatură ridicată aceste impurităţi „para-textile" se depun pe masa fibroasă, la răcirea băii. La fel prin fixarea termică şi texturare, se poate constata apariţia pe suprafaţa fibrelor a unui praf de structură microcristalină care provoacă fenomenul de pudrare care produce inconveniente în procesele ulterioare de finisare. În băile de vopsire oligomerii migrează din interiorul fibrei şi se redepun pe acestea.

*Determinarea conţinutului de caprolactamă*

Se deosebesc două metode, în funcţie de conţinutul în monomeri:

— metoda gravimetrică, aplicabilă la controlul firelor groase destinate scopurilor tehnice;

— metoda refractometrică, aplicabilă firelor şi fibrelor cu un conţinut mic de monomeri.

*Metoda gravimetrică.* 10 g material fibros absolut uscat se extrage la o instalaţie cu reflux, cu apă fierbinte. Se răceşte extractul cu gheaţă pentru depunerea monomerului în stare solidă, care se separă prin filtrare pe un creuzet $G_3$, în prealabil tarat. Monomerul solid se spală cu alcool etilic şi se usucă la 40—50°C, pînă la masă constantă. Se calculează conţinutul de caprolactamă prin raportarea reziduului obţinut, la masa probei luate pentru analiză. Această determinare poate fi efectuată şi prin extracţie la aparatul Soxhlet.

*Determinarea conţinutului de oligomeri la firele poliesterice texturate*

Ansamblul oligomerilor la polietilenglicoltereftalat prezintă cîteva procente din masa polimerului. Din aceste motive, dozarea fracţiilor moleculare (oligomeri) la firele poliesterice necesită metode fine şi precise de analiză. Din cauza structurilor chimice cu lanţuri scurte lineare sau ciclice (dimeri, trimeri, tetrameri, pentameri şi hexameri) necesită metode fine şi precise de analiză.

Trimerii ciclici constituie elementul preponderent (90—95%). Oligomerii lineari provin din reacţiile de depolimerizare, degradări, hidrolize.

Din cauza structurii chimice oligomerii cu catene scurte prezintă afinitate pentru solvenţi.



Scanned with OKEN Scanner

Solubilitatea în solvenți fiind diferențiată funcție de structura chimică, metoda de dozare utilizată este cea cromatografică. În vederea stabilirii metodelor de analiză eficace, fracțiile moleculare se împart în două categorii:

— oligomeri globali;

— oligomeri de suprafață.

Pentru determinarea oligometrilor globali și a celor de suprafață se utilizează metodele:

— gravimetrică;

— spectrofotometrie în ultraviolet;

— cromatografie în strat subțire, gazoasă.

Metoda gravimetrică prin extracție se aplică pentru determinarea oligomerilor globali.

Metoda spectrofotometrică care se bazează pe faptul că oligomerii de polietilenglicol-tereftalat posedînd în formula lor chimică nucleul tereftalic care are două maxime de absorbție în ultraviolet, una către 240 nm și alta către 285 nm se aplică pentru determinarea oligomerilor de suprafață.

Prin metoda cromatografică se poate separa fiecare constituent (oligomeri ciclici, lineari). Această metodă prezintă avantajul de a determina fiecare oligomer în parte și în special trimerii care constituie partea preponderentă. Mai prezintă avantajul că se pot doza urme infime a oligomerilor de suprafață.

*Determinarea conținutului de oligomeri globali (metoda gravimetrică)*

**Tehnica de lucru.** 10 g material fibros se introduc într-un vas conic de 250 ml și se extrag cu 250 ml eter de petrol, timp de 5 minute. Se agită manual. Se repetă această operație de două ori. După extracție se usucă proba la aer. Proba astfel tratată se mărunțește și se usucă în etuvă cu vid, la temperatura de 75°C, pînă la masă constantă. Se cîntăresc la balanța analitică 10 g material fibros cu precizie de $\pm$0,0001 g. Proba se introduce în cartușul de extracție al aparatului Soxhlet și se extrage cu dioxan timp de 4 ore cu o viteză de minimum 5 cicluri pe oră. Solventul de extracție se culege într-o capsulă și se evaporă la sec pe un evaporator rotativ, sub vid, la temperatura de 50°C. Se spală reziduul în continuare cu 25 ml *n*-butanol. Se trece reziduul într-un creuzet filtrant, tarat în prealabil; se usucă în etuvă cu vid la temperatura de 75°C și se cîntărește pînă la masă constantă.



Scanned with OKEN Scanner

*Determinarea cantitativă a oligomerilor de suprafață prin spectrofotometrie U.V.*

Metoda constă în extracția oligomerilor de suprafață cu dioxan (calitate spectroscopie), se înregistrează spectrul U.V., se măsoară densitatea optică la 240 nm și se deduce concentrația plecînd de la o curbă etalon stabilită în prealabil.

**Tehnica de lucru.** Se extrag oligomerii globali prin metoda gravimetrică.

Pentru extracția oligomerilor de suprafață se iau 2 g de fibre care se mărunțesc foarte fin și se omogenizează. Se cîntăresc 200 mg fibre. Se introduc într-un vas conic de 50 ml la care se adaugă 8 ml dioxan (pur spectro); se agită manual timp de 10 minute. Se filtrează și se culege solventul într-un balon cotat de 10 ml. Se spală proba pe pîlnie cu 2 ml de dioxan și se aduce la semn cu dioxan. Pentru măsurarea spectroscopică în ultraviolet se înregistrează spectrul de absorbție U.V. pe un spectrofotometru Bekman, model *DK* 2, utilizînd o cuvă de 1 cm grosime. Se măsoară densitatea optică la maximum de absorbție situat la 240 nm, soluția provenind din extracția oligomerilor globali sau de suprafață, adusă la un volum astfel încît, concentrația să fie cuprinsă între 20 și 80 μg de oligomeri la 10 ml soluție. Se deduce conținutul în oligomeri, raportînd la curba etalon stabilită în prealabil; absorbția observată în funcție de concentrația de oligomeri ciclici, utilizînd oligomerii de referință. Pentru aceasta se utilizează oligomerii extrași din poliester și recristalizați în dimetilacetamidă. În aceste condiții se obține un produs compus din trimeri ciclici aproape puri.

*Determinarea cantitativă a oligomerilor — metoda prin cromatografie în strat subțire*

Metoda se aplică la soluțiile de extracție a oligomerilor globali sau de suprafață. Întrucît prin această metodă se pot doza cantități foarte mici metoda este de preferat să se aplice pentru determinarea oligomerilor de suprafață. Metoda este selectivă și deci nu interferă cu prezența uleiajelor și a produselor auxiliare care se extrag din fibre în același timp cu oligomerii. Deci tratamentele de purificare a fibrelor, preliminarii extracției, care sînt susceptibile de a provoca pierderi de oligomeri prin extracție, nu sînt necesare la această metodă.

În principiu, soluția de extracție obținută în condițiile descrise la metodele precedente este adusă la o concentrație apropiată (di-



Scanned with OKEN Scanner

luţie sau concentrate după caz) şi depusă în strat subţire. Aceasta difuzează în strat, antrenînd mai mult sau mai puţin rapid componentele soluţiei depuse. Cromatograma obţinută, uscată este plasată la o lampă U.V. (254 nm). Produsele deplasate apar sub formă de pete foarte fluorescente. Ele sînt identificate prin comparare cu deplasarea probelor martor.

Dozarea trimerilor ciclici se efectuează în două moduri:

*Metoda directă,* care se efectuează prin comparaţia intensităţii petelor de dozat cu petele unei game etalon de depuneri supuse cromatografiei în aceleaşi condiţii; se compară dacă pata fluorescentă a depunerii cunoscute, de soluţie etalon, a cărei suprafaţă este colorată este mai apropiată de produsul de dozat. Măsurarea este totuşi subiectivă şi în multe cazuri se utilizează metoda de recuperare a petei fluorescente. Pentru aceasta, produsul reţinut se extrage cu solvent şi se determină concentraţia spectrofotometric la 240 nm a eluatului obţinut. Această tehnică de măsurare nu este subiectivă.

**Tehnica de lucru.** 10 g material fibros se introduc în aparatul Soxhlet pentru a se extrage oligomerii globali şi cei de suprafaţă, prin metodele descrise. Soluţiile de extracţie depuse sînt aduse la volum de 10 ml într-un balon cotat, iar depunerile pe strat subţire sînt de ordinul de cîţiva µl la 50 µl soluţie astfel încît trimerii ciclici depuşi să fie de 0,3—0,5 γg pentru metodă directă prin comparaţie în lumina ultravioletă şi 30 γg pentru metoda spectrofotometrică.

Stratul subţire pe care sînt depuse soluţiile de dozat şi cele de referinţă sînt introduse într-o cuvă astfel încît marginea inferioară să fie introdusă 1 cm într-un amestec de solvenţi (90 ml cloroform şi 10 ml eter etilic).

Solvenţii difuzează spre partea superioară a stratului în 2 ore. În acest moment stratul este scos din cuvă şi solvenţii sînt eliminaţi rapid într-un curent de aer. Produsele deplasate sînt decelate prin examenul stratului uscat la o lampă U.V.

Pentru determinarea trimerilor ciclici se va realiza o cromatogramă de referinţă care se realizează plecînd de la depuneri cunoscute de diverse cantităţi de trimeri etalon (0,1 pînă la 1 γg) utilizînd aceleaşi condiţii pentru cromatograma soluţiilor de extracţie. Cromatograma de referinţă va servi pentru fiecare determinare. Pentru a aprecia care este pata cromatogramei de referinţă, care seamănă cu pata trimerului cromatogramei soluţiei de dozat, cele două cromatograme vor fi plasate una lîngă alta la o lampă U.V. şi comparate.

Calculul conţinutului de oligomer se face raportînd valoarea petei etalon la volumul de extract de oligomeri depuşi, ţinînd cont de



Scanned with OKEN Scanner

diluţia extractului şi de cantitatea de poliester tratat. Se obţine astfel o cifră care reprezintă proporţia de trimer ciclic în 100 g material fibros.

După extracţia cromatogramei sub lampa U.V. se desenează cu un vîrf ascuţit conturul petei rotunde sau a bandei orizontale foarte fluorescente care corespunde trimerului ciclic deplasat.

Gelul de silice astfel delimitat este recuperat într-un balon cotat de 10 ml cu dioxan (pur spectro). După agitare şi trimerul este trecut din strat în soluţie de dioxan, soluţia obţinută filtrată este trecută în cuva de măsurare a spectrofotocolorimetrului şi se măsoară absorbţia la 240 nm a soluţiei.

*Calculul conţinutului de trimeri,* care se face în raport cu absorbţia unei soluţii de trimeri a cărei concentraţie este cunoscută.

*Aparatură.* Aparatură pentru cromatografie în strat subţire (cuve cu capac, straturi de gel de silice fluorescent 20/20 cm tip Merck *F 254* şi riglă cromatografică de 10 µl, gradată în µl, eprubete cu dop rodat pentru amestecuri de solvenţi); lampă U.V. care emite radiaţii cu lungimea de undă de 250 nm; spectrofotocolorimetru care permite absorbţia la $\lambda = 240$ nm.

*Reactivi:* Solvenţi puri pentru cromatografie, purificaţi prin distilare (cloroform, eter etilic): solvenţi pentru extracţie sau măsurarea absorbţiei (dioxan de două calităţi, dioxan pur pentru cromatografie la care se recomandă detectarea şi eliminarea peroxizilor şi dioxan pur spectro pentru măsurare la spectrofotometru).

Scanned with OKEN Scanner

# BIBLIOGRAFIE


1. Armstrong, A. and Rutherford, H. A. *Textile Research J.* 33 1963, 243.
2. Armstrong, A. Jr and Rutherford, A. H. *Report written, Department of textile Chemistry,* ian., 1, 1962 North Carolina.
3. Bănăţeanu, I., Călu şaru, A., Slabu, Z. *Metode fizico-chimice, de analiză,* Bucureşti, Editura tehnică, 1961.
4. Blok, N. I. *Analiza chimică calitativă.* Editura tehnică, Bucureşti, 1955.
5. Burdet, B. *The Identification of Metals in Dyed and Printed Protein and Cellulose Textiles.* Journal of the Society of Dyers and Colourists, 80, nr. 7, iul. 1964, p. 370—374.
6. Croitoru, V., Pătroescu, C., Petrea, D., Cruceru, D. *Note de curs şi lucrări practice de analiză cantitativă.* Centrul de multiplicare al Universităţii din Bucureşti, 1970.
7. Dorabialska, A. *Lucrări practice de chimie fizică* (trad. din l. polonă), Bucureşti, Editura tehnică, 1958.
8. Dragnea, A. S. *Metode moderne de analize fizice şi chimice utilizate în industria textilă.* Industria Textilă, Nr. 7, iulie, 1963, p. 320—324.
9. Dragnea, A. S. *Metode moderne de analiză pentru recepţia liniei brute.* Industria Textilă, Nr. 3, martie, 1973, p. 137—143.
10. Dragnea, A. S. *Cercetări privind procedee obiective de măsurare a calităţii materiilor prime textile.* Industria Textilă, nr. 11, noiembrie, 1978, p. 437—460.
11. Einsele, U. *Ignifugarea produselor textile.* Textil Praxis, R. F. Germania, nr. 3, martie, 1972, p. 172—175 şi nr. 4, aprilie, 1972, p. 224—227.
12. Fargnes, A., Bonte, E. *Determination pratique du degré de blanc des textiles à l'aide du spectrophotomètre.* Bulletin de l'Institut Textile de France, 18, nr. 111, martie-aprilie, 1964, p. 249—263.
13. Ionescu Muscel, I., Stoian, E., Atanase, I. *Tratat de merceologie.* Editura tehnică, Bucureşti, 1974, Vol. I şi Vol. II.
14. Kunze, W. *Reclamaţii în domeniul finisării şi cauzele acestora.* Textil Praxis, R. F. Germania, nr. 3, martie, 1972, p. 176—178.
15. Lindenheyn, O. *Asigurarea calităţii în industria textilă.* Deutsche Textiltechnik, R.D.G., nr. 3, martie, 1972, p. 145—151.
16. Luca, C. *Determinarea constantelor analitice.* Metode electrometrice şi optice. EDP, Bucureşti, 1971.
17. Născuţiu, T. *Metode radiometrice de analiză.* Editura Academiei R.S.R., Bucureşti, 1971.
18. Născuţiu, T. *Metode radiochimice de analiză.* Editura Academiei R.S.R., Bucureşti, 1973.




Scanned with OKEN Scanner

19. Popa, Gr., Croitoru, V. *Chimie analitică cantitativă.* Gravimetrie. Editura didactică și pedagogică, București, 1971.
20. Rădulescu, S., ș.a. *Prelucrarea fibrelor sintetice.* Editura didactică și pedagogică, București, 1965.
21. Rădulescu, S. *Textile nețesute.* Editura Tehnică, București, 1965.
22. Rochas, P., Gavet, L. *L'emploi des radioisotopes dans l'industrie Textile,* Eurizotop, Geneva, 1966.
23. Sommer, H. *Handbuch der Werkstoffprüfung, vol. V.* Die Prüfung, der Textilien. Berlin. Spinger Verlag, 1960.
24. Ulrich, H. M. *Handbuch der chemischen Untersuchungen der Textilfaser stoffe.* Wien, Springer Verlag, 1962.
25. Vlad, T. *Fibre textile.* București, Editura didactică și pedagogică, 1964.
26. Wagner, E. *Controlul produselor textile.* Melliand Textilberichte, R. F. Germania, nr. 3, martie, 1972, p. 243—246.
27. * * * *Normă A.A.T.C./C nr. 34 — 1966,* privind rezistența la flacără a materialelor textile.
28. * * * *Normă ASTM D.1230-61,* privind evaluarea inflamabilității materialelor textile.
29. * * * *Prospect C.I.B.A.,* pentru aparate destinate încercărilor materialelor textile, Basel, Elveția, 1971.
30. * * * *Analitical Chemistry,* 1965—1978.

Scanned with OKEN Scanner

Redactor: ing. CONSTANȚA TECIU
Tehnoredactor: MARIA TRĂSNEA
Coperta: TEODORA DOXAN

*Bun de tipar: 12. 12. 1981. Coli de tipar: 17,25.*
*C.Z.: 677.8 : 543/545.*

Tiparul executat sub comanda nr. 366, la Întreprinderea Poligrafică „Crișana", Oradea, str. Moscovei nr. 5.
Republica Socialistă România



Scanned with OKEN Scanner